



Complexação de Gálio(III) com Kelex 100 Impregnado nas Resinas Amberlite XAD-2 E XAD-7

DESTAQUE

Luciana Papaléo Pereira
Bolsista de Inic. Científica, Eng.
Química, UFRJ

**Flávia Alexandra Gomes de
Souza**

Bolsista de Inic. Científica, Lic. em Química, FAHUCE

Carlos Eduardo da Silva Côrtes
Orientador, Químico Industrial, M.Sc.

1. INTRODUÇÃO

Tendo em vista o interesse das áreas de metalurgia extractiva e química analítica na separação e recuperação seletiva de metais a partir de soluções aquosas, têm sido desenvolvidos métodos alternativos com essa finalidade, como, por exemplo, a adsorção de compostos orgânicos, que atuam como complexantes sobre matrizes poliméricas (1).

A impregnação física sobre uma matriz polimérica origina a resina impregnada com solvente, conhecida como SIR (Solvent-

Figura 4 - Espectro de magnetismo paramagnético eletromagnético da amostra -44 µm tratada com óxido de sódio por duas horas.

4. CONCLUSÕES

O minério do Morro do Felipe apresentou como mineralógico minerais ócicos os seguintes minerais: correntita-dickita (82%), quartzo (7%), anatásio, hematita, zircão e manganito.

A separação magnética em campo de 14.000 G não é suficiente para remover todos os óxidos de ferro e manganeto da amostra, que proporciona considerável aumento na massa do caixão. Antes da separação magnética o índice de armazém é de 78,9%; após a separação magnética o índice de armazém é de 51,7%. O tratamento com óxido de sódio por um período de 2 h nesse caso índice passou a 64,8%.

Os respectivos óxidos ócicos de 100% da rocha do Morro do Felipe indicam que pelo menos parte da ferro presente no amérforo -44 µm encontra-se supostamente dissolvida na estrutura da casca. Após o tratamento químico com óxido de sódio ótico na região $\phi = 2$ diminui de intensidade, mostrando que a ferro aumenta. Isto indica uma relação entre a ferro e a óxido de sódio ótico.

Impregnated Resin). Esse tipo de material tem sido preparado principalmente por dois métodos, o método seco (Figura 1) e o método úmido, sem agitação (Figura 2) e com agitação (Figura 3) (1-9, 17). Essa resina impregnada com solvente (SIR) tem sido utilizada na recuperação de diversos metais, como, por exemplo, metais preciosos, radioativos etc. (9-16). São muitos os extratantes utilizados para complexação de metais, tais como o LIX 64N, LIX 65N, que são hidroxioximas, o KELEX-100 que é uma oxina e os DEPHA, PC-88 e TBP, que são organofosforados.

O projeto teve como objetivo o estudo de complexação e descomplexação do gálio com o extratante comercial KELEX-100 (derivado alquilado da 8-hidroxiquinolina) impregnado nas resinas AMBERLITE XAD-2 e XAD-7, pelo método úmido sem agitação, que forneceu as melhores características de distribuição superficial do extratante. Os experimentos de complexação e descomplexação foram realizados em diferentes períodos de tempo.

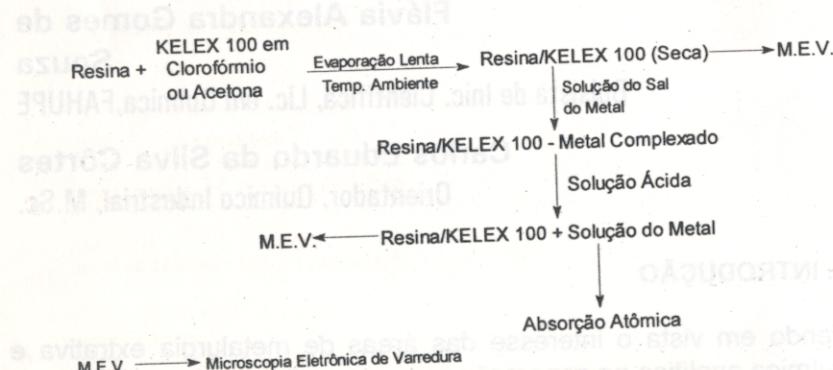


Figura 1 - Esquema de método seco

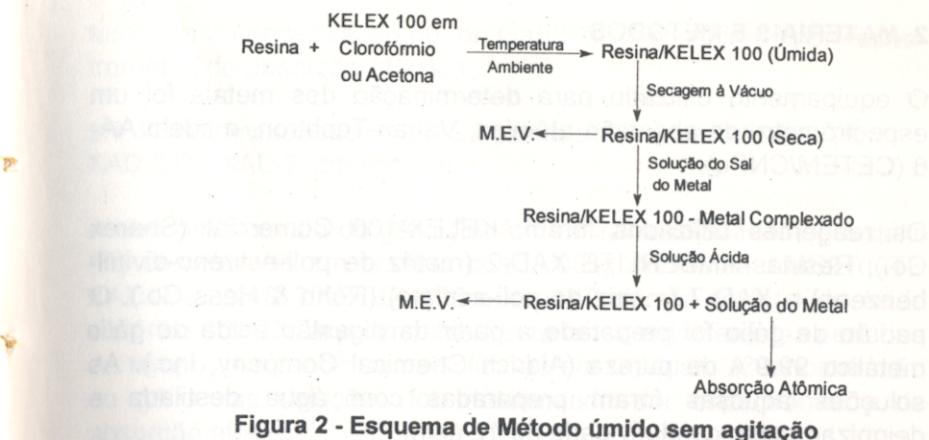


Figura 2 - Esquema de Método úmido sem agitação

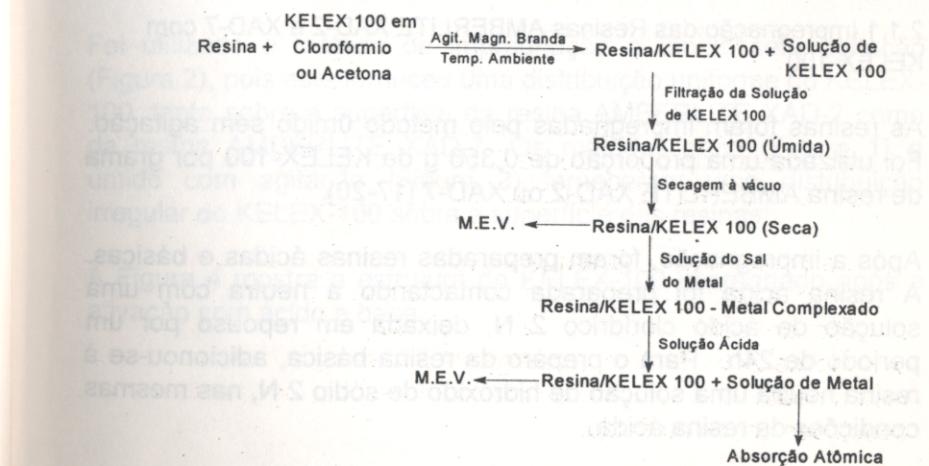


Figura 3 - Esquema de Método úmido com agitação

2. MATERIAIS E MÉTODOS

O equipamento utilizado para determinação dos metais foi um espectrômetro de absorção atômica, Varian-Techtron, modelo AA-6 (CETEM/CNPq).

Os reagentes utilizados foram: KELEX-100 Comercial (Sherex Co.), Resinas AMBERLITE XAD-2 (matriz de poli-estireno-divinilbenzeno) e XAD-7 (matriz de poli-acrilato) (Rohm & Hass Co.). O padrão de gálio foi preparado a partir da digestão ácida do gálio metálico 99,9% de pureza (Aldrich Chemical Company, Inc.). As soluções aquosas foram preparadas com água destilada e desionizada com condutividade de 12 $\mu\text{s}/\text{m}$.

2.1 Metodologia

2.1.1 Impregnação das Resinas AMBERLITE XAD-2 e XAD-7 com KELEX-100

As resinas foram impregnadas pelo método úmido sem agitação. Foi utilizada uma proporção de 0,356 g de KELEX-100 por grama de resina AMBERLITE XAD-2 ou XAD-7 [17-20].

Após a impregnação, foram preparadas resinas ácidas e básicas. A resina ácida foi preparada contactando a neutra com uma solução de ácido clorídrico 2 N, deixada em repouso por um período de 24h. Para o preparo da resina básica, adicionou-se à resina neutra uma solução de hidróxido de sódio 2 N, nas mesmas condições da resina ácida.

2.1.2 Complexação do Gálio com as Resinas AMBERLITE XAD-2 e XAD-7 Impregnadas

Os experimentos de complexação foram realizados colocando-se em contato 1,00 g da resina AMBERLITE XAD-2 ou XAD-7, anteriormente impregnada com KELEX-100, com 10 mL de solução padrão de gálio (III) de 500 ppm, com pH de 12 a 13. Os experimentos foram realizados em repouso, em diferentes períodos de

tempo, e a concentração do íon Ga(III) foi monitorizada por espectrometria de absorção atômica.

2.1.3 Descomplexação do Gálio a partir das Resinas AMBERLITE XAD-2 OU XAD-7 Impregnadas

A descomplexação do gálio (III) foi realizada colocando-se o gálio (III) complexado em contato com 1,00 g da resina AMBERLITE XAD-2 ou XAD-7/KELEX 100 e com 10 mL de solução de ácido sulfúrico 6 N. Os experimentos foram feitos em diferentes períodos de tempo, mantendo-se as soluções em repouso. A concentração do gálio nas soluções foi monitorizada por espectrometria de absorção atômica.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foi utilizado o método de impregnação a úmido sem agitação (Figura 2), pois este forneceu uma distribuição uniforme do KELEX-100, tanto sobre a superfície da resina AMBERLITE XAD-2 como da resina AMBERLITE XAD-7. Os métodos seco (Figura 1) e úmido com agitação (Figura 3) forneceram uma distribuição irregular do KELEX-100 sobre a superfície das resinas.

A Figura 4 mostra a estrutura do KELEX-100 impregnado após a ativação com ácido e base.

Figura 4: Estrutura do KELEX-100: a) ativada com HCl - forma catiônica (8-Hidroxiquinolinônio), b) ativada com NaOH forma aniónica (8-Hidroxiquinolinato).

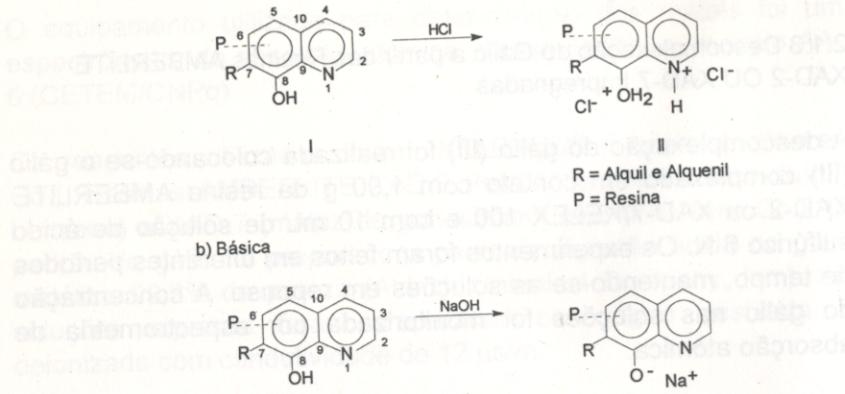


Figura 4: Estrutura do KELEX-100: a) ativada com HCl - forma catiônica (8-Hidroxiquinolinônio), b) ativada com NaOH forma aniónica (8-Hidroxiquinolinato).

A Figura 5 mostra a complexação do gálio (III) a partir das resinas AMBERLITE XAD-2 e XAD-7 neutra, ácida e básica, em intervalos de 0 a 240 min.

As experimentações foram realizadas colocando-se 0,05 g de resinas neutras e básicas e 0,05 g de resinas ácidas na solução de gálio (III) de 500 ppm, contendo 10 mL de solução de ácido clorídrico 2 N, durante um período de 24h. Para o preparo da resina básica, adicionou-se à resina neutra uma solução de hidróxido de sódio 2 N, nas mesmas condições da resina ácida.

2.4.2 Complexação do Gálio com as Resinas AMBERLITE XAD-2 e XAD-7 impregnadas com KELEX-100

Os experimentos de complexação foram realizados colocando-se 0,05 g de resinas AMBERLITE XAD-2 ou XAD-7, entre elas contendo 0,05 g de resina AMBERLITE XAD-2 ou XAD-7 impregnada com KELEX-100, em 10 mL de solução de gálio (III) de 500 ppm, contendo 10 mL de 2 N. Os experimentos de gálio (III) de 500 ppm, contendo 10 mL de 2 N.

Figura 5: Complexação do Gálio (III): a) Resina AMBERLITE XAD-2, b) Resina AMBERLITE XAD-7 impregnadas com KELEX-100.

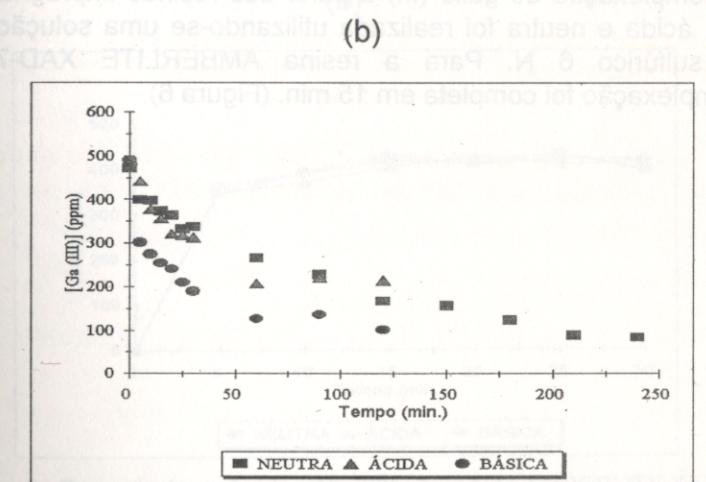
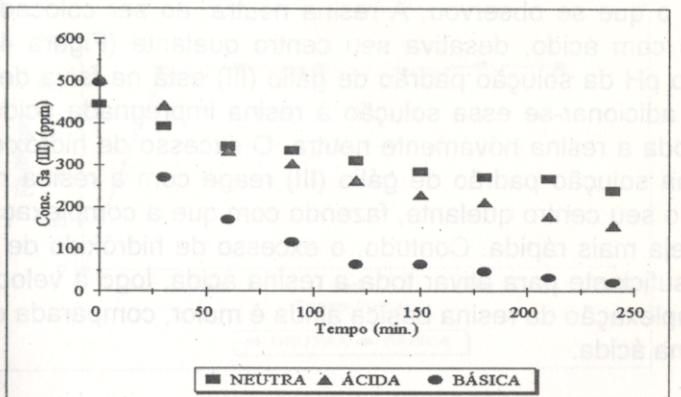


Figura 5: Complexação de Gálio (III): a) Resina AMBERLITE XAD-2, b) Resina AMBERLITE XAD-7 impregnadas com KELEX-100.

Como pode ser visto na Figura 5, a resina impregnada básica, que é mais hidrofílica e possui seu centro quelante ativado (Figura 4 b), apresentou uma velocidade maior de complexação do gálio (III) do que as resinas impregnadas ácida e neutra, para ambos os tipos de matrizes poliméricas.

Esperava-se que a resina ácida impregnada possuísse uma menor velocidade de complexação do que a neutra impregnada; porém, não foi o que se observou. A resina neutra, ao ser colocada em contato com ácido, desativa seu centro quelante (Figura 4 (a)). Como o pH da solução padrão de gálio (III) está na faixa de 12 a 13, ao adicionar-se essa solução à resina impregnada ácida, ela torna toda a resina novamente neutra. O excesso de hidróxido de sódio na solução padrão de gálio (III) reage com a resina neutra ativando seu centro quelante, fazendo com que a complexação do gálio seja mais rápida. Contudo, o excesso de hidróxido de sódio não é suficiente para ativar toda a resina ácida, logo a velocidade de complexação da resina básica ainda é maior, comparada com a da resina ácida.

A descomplexação do gálio (III) a partir das resinas impregnadas básica, ácida e neutra foi realizada utilizando-se uma solução de ácido sulfúrico 6 N. Para a resina AMBERLITE XAD-7 a descomplexação foi completa em 15 min. (Figura 6).

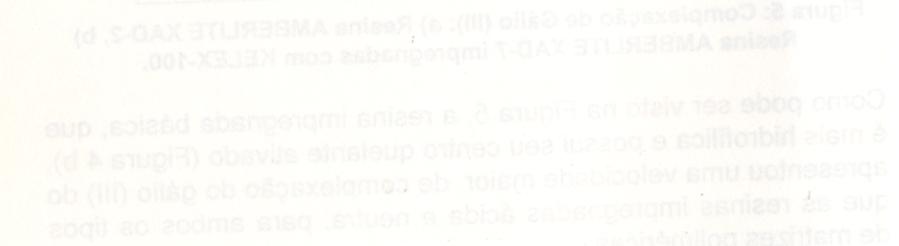
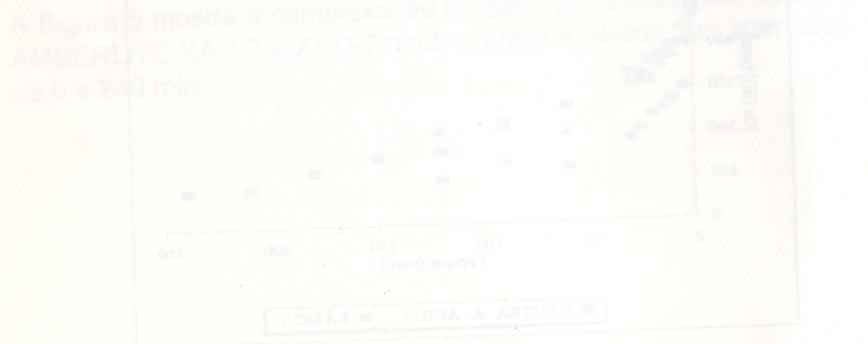


Figura 6: Descomplexação do gálio (III) : a) resina AMBERLITE XAD-2, b) resina AMBERLITE XAD-7

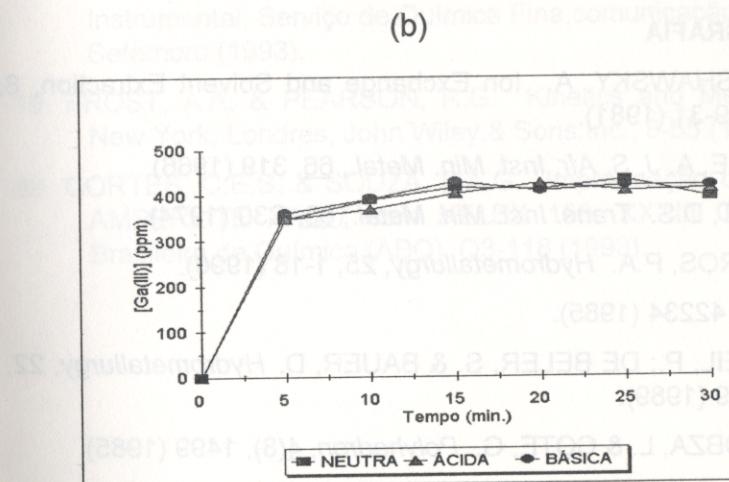
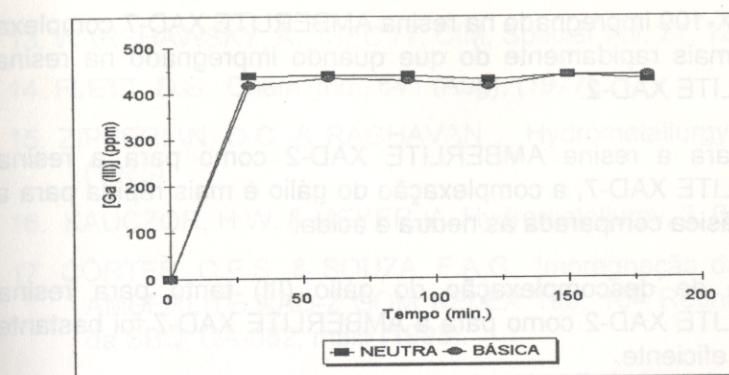


Figura 6: Descomplexação do gálio (III) : a) resina AMBERLITE XAD-2, b) resina AMBERLITE XAD-7

A Figura 6 mostra que a descomplexação do gálio (III) a partir da resina AMBERLITE XAD-7 em 15 min. foi total; já para a resina AMBERLITE XAD-2, preliminarmente, a descomplexação do gálio foi total em 30 min, sendo necessário, para melhor avaliação, um estudo detalhado no intervalo 0 a 30 min.

4. CONCLUSÕES

O KELEX-100 impregnado na resina AMBERLITE XAD-7 complexa o gálio mais rapidamente do que quando impregnado na resina AMBERLITE XAD-2.

Tanto para a resina AMBERLITE XAD-2 como para a resina AMBERLITE XAD-7, a complexação do gálio é mais rápida para a resina básica comparada às neutra e ácida.

A etapa de descomplexação do gálio (III) tanto para resina AMBERLITE XAD-2 como para a AMBERLITE XAD-7 foi bastante rápida e eficiente.

BIBLIOGRAFIA

1. WARSHAWSKY, A. *Ion Exchange and Solvent Extraction*, 8, 229-31 (1981).
2. FAURE, A. J. S. *Afr. Inst. Min. Metal.*, 66, 319 (1966).
3. FLETT, D.S. *Trans. Inst. Min. Metal.*, 83, C30 (1974).
4. RIVEROS, P.A. *Hydrometallurgy*, 25, 1-18 (1990).
5. JP 60 42234 (1985).
6. GAREIL, P.; DE BELER, S. & BAUER, D. *Hydrometallurgy*, 22, 239 (1989).
7. BOKOBZA, L. & COTE, G. *Polyhedron*, 4(8), 1499 (1985).
8. TAVLARIDES, L.L.; BAE, J.H. & LEE, C.K. *Separation Science and Technology*, 22(2 e 3)581-617 (1987).
9. AKIBA, K. & HASHIMOTO, H. *Chem. Aspects Down. Stream Thorium Fuel Cycle*, 59-64 (1987).
10. HOMEL, H. & LEGRAND, A.P. *Reac. Polym., Ion Exchange and Solvent Extraction*, 1(4), 267-71 (1982).
11. COTE, G. et alli. *Analysis*, 18, 509-15 (1990).

12. VERNON, F. *Separation Science and Technology*, 13(7), 587-95 (1978).
13. WARSHAWSKY, A. *ISEC'77, CIM, Special Vol.* 21, 127 (1979).
14. FLETT, D.S. *Chem. Ind.*, 641 (Aug), (1977).
15. ZIPPERIAN, D.C. & RAGHAVAN . *Hydrometallurgy*, 13, 265 (1985).
16. KAUCZOR, H.W. & MEYER, A. *Hydrometallurgy*, 3, 65 (1978).
17. CÔRTES, C.E.S. & SOUZA, F.A.G. *Impregnação da Resina AMBERLITE XAD-2 COM KELEX 100*, 16^a Reunião Anual da SBQ, QA-082, maio (1993).
18. SILVA, R. B. - Departamento de Química Analítica e Instrumental, Serviço de Química Fina, comunicação pessoal, Setembro (1993).
19. FROST, A.A. & PEARSON, R.G. *Kinetics and Mechanism*, New York, Londres, John Wiley.& Sons.Inc., 8-55 (1963).
20. CORTES, C.E.S. & SOUZA, F.A.G. *Impregnação da Resina AMBERLITE XAD-7 com KELEX 100*, XXXIII Congresso Brasileiro de Química (ABQ), Q3-118 (1993).