

# DETERMINAÇÃO SUSTENTÁVEL DE ÍON HIPOCLORITO: ESTUDO POR ANÁLISE DE INJEÇÃO EM FLUXO

**Jonas de Jesus Gomes COSTA NETO 01 (1); Ridvan Nunes FERNADES 02 (2); Laurinda Fernanda Saldanha SIQUEIRA 03 (3)**

(1) Instituto Federal do Maranhão Campus Zé Doca, Endereço: Rua da Tecnologia, nº 215- Vila Amorim. e-mail: [jonasneto@ifma.edu.br](mailto:jonasneto@ifma.edu.br)

(2) Universidade Federal do Maranhão, Av. dos Portugueses s/n São Luis. e-mail: [ridvan@ufma.br](mailto:ridvan@ufma.br)

(3) Universidade Federal do Maranhão, Av. dos Portugueses s/n São Luis. e-mail: [lau\\_siqueira@yahoo.com.br](mailto:lau_siqueira@yahoo.com.br)

## RESUMO

Os hipocloritos são sais de ácido hipocloroso, formados por reação do cloro com óxidos básicos, hidróxidos ou carbonato alcalino. Os poucos métodos conhecidos para a determinação espectrofotométrica de hipoclorito não são de simples execução, envolvem certas quantidades de reagentes tornando-os onerosos. No presente trabalho, desenvolveu-se um procedimento analítico rápido e econômico quanto ao consumo de reagentes. O procedimento consiste na detecção espectrofotométrica, na região ultravioleta, exigindo apenas um tamponamento para manter o pH 9,5. O sistema desenvolvido se mostrou repetitivo com frequência analítica de 54 leituras de sinais por hora, desvio padrão relativo de 1,81% (n=9) e curva analítica com  $r=0,998$ . O limite de detecção foi estimado em  $0,05 \text{ mg.L}^{-1}$

**Palavras-chave:** Hipoclorito, Análise em fluxo, espectrofotometria

## 1 INTRODUÇÃO

O Hipoclorito de Sódio é obtido a partir da reação do cloro com uma solução diluída de soda-cáustica. É amplamente utilizado em sistemas de abastecimento de água bem como em ambientes domésticos como agente desinfetante e/ou alvejante, pois o  $\text{Cl}_2$  liberado em meio aquoso atua na inibição enzimática via desnaturação protéica e causa inativação dos ácidos nucleicos nas bactérias (OIVEIRRA FILHO, 1997).

Além dessas aplicações, o hipoclorito de sódio é utilizado no tratamento do câncer de pele e como agente de blindagem pelo departamento de narcóticos para localizar e identificar drogas proibidas como a cocaína.

A determinação de hipoclorito de sódio é industrialmente tão importante no que se refere análise de água, quanto à análise do mesmo em amostras ambientais, sendo então necessário o desenvolvimento de um método rápido, barato e sensível. (CHANG, 1995)

Na determinação do hipoclorito em solução, é comum métodos iodométricos determinado pela reação com uma quantidade em excesso de iodeto (agente redutor), formando  $\text{I}_2$ . (CHANG, 1995). Outros métodos como: colorimétricos, polarográficos, espectrofotométricos, quimiluminescência, fluorescência dentre outros, determinam o teor de hipoclorito de sódio. (BORGES, 2005)

Contudo, a maioria dos métodos requer quantidades significantes de reagentes e possuem baixa sensibilidade, além da demora na análise.

Em virtude dessas deficiências, neste estudo foi desenvolvido um procedimento analítico rápido e econômico quanto ao consumo de reagentes. O procedimento consistiu na detecção espectrofotométrica, na região ultravioleta, exigindo apenas um tamponamento para manter o pH 9,5 através do uso da multicomutação por um sistema de Válvulas solenóides que permite aumentar a versatilidade de sistemas de análises em fluxo, devido a inserção de amostras e reagentes somente nas quantidades realmente requeridas para a implementação do procedimento analítico. (OLIVEIRA FILHO, 1997; MELCHERT, 2008; BORGES, 2005)

## 2 EQUIPAMENTOS E ACESSÓRIOS

Espectrofotômetro UV-visível FEMTO modelo 700 plus com célula de fluxo de quartzo com caminho óptico de 1cm, Espectrofotômetros UV-visível SHIMATZU modelo UV-2550 com célula de quartzo de caminho óptico de 1cm. Bomba peristáltica Ismatec, modelo IPC-8 equipada com tubos de taygon. Módulo de análise constituído por 3 válvulas solenóides de 3 vias. Bobinas de reação feitas de tubo de polietileno com 5, 10, 20, 40 60 e 80 cm com diâmetros internos de 0,8 mm.

## 3 REAGENTES E SOLUÇÕES

Todas as soluções foram preparadas com água destilada-deionizada e reagentes com grau de pureza analítico.

Solução padrão de hipoclorito  $0,01 \text{ mol.L}^{-1}$  (MERCK).

Solução  $0,2 \text{ mol.L}^{-1}$  de tampão fosfato pH 9,5.

## 4 DESCRIÇÃO DO MÓDULO DE ANÁLISE

O módulo de análise foi desenvolvido levando-se em consideração as características da análise proposta conforme a figura 1. Inicialmente todas as válvulas estão desligadas e o fluido carregador está passando continuamente pelo percurso analítico. O ciclo de análise inicia-se quando o microcomputador aciona as válvulas  $V_1$ ,  $V_2$  e  $V_3$  de acordo com o diagrama de tempo mostrado nesta figura. Uma vez acionadas, as válvulas permitem a introdução de pequenas frações das soluções da amostra e do reagente no percurso analítico, formando a partir do ponto de junção (x) uma sequência dupla correspondente as alíquotas das soluções da amostra e do tampão fosfato pH 9,5. (A,  $R_1$ ).

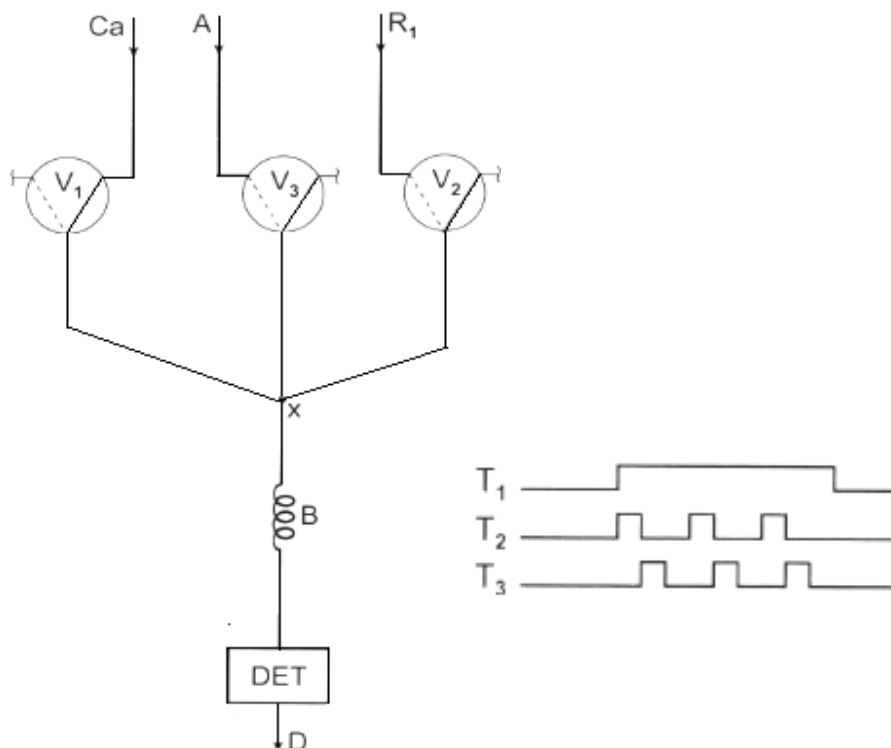


Figura 1. Diagrama de Fluxo para determinação do íon hipoclorito.  $V_1$ - $V_3$ : válvulas solenóides, Ca: Carregador (água deionizada),  $R_1$ : reagente tampão fosfato pH 9,5, A: amostra, B: reator, DET: detector, X: ponto de confluência, D; descarte e  $T_1$ - $T_3$ : intervalos de tempo de acionamento das válvulas.

Para implementação de um módulo com essas características, existe a necessidade da utilização de um programa escrito que considere as características próprias da análise proposta. O programa para executar este processo, foi escrito em Quick BASIC 4.5, seguindo a lógica de execução mostrada na figura 2.

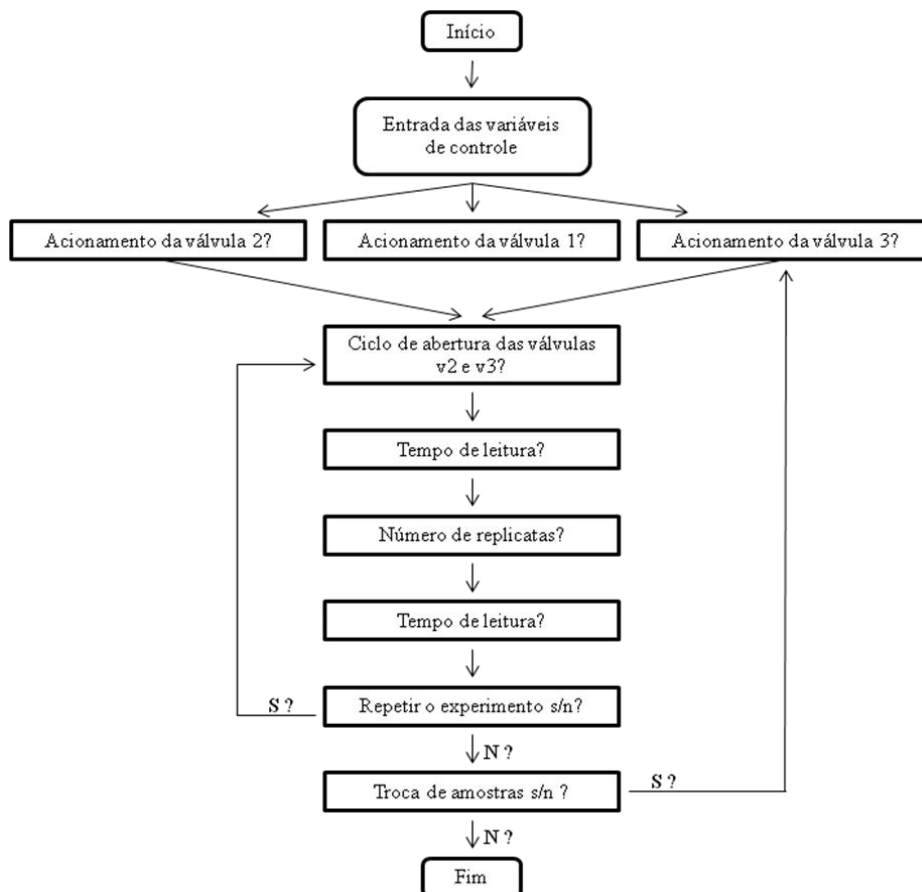


Figura 2. Fluxograma do “software” controle do módulo de análise.

O volume da amostra ( $V_3$ ) e do reagente ( $V_2$ ) são inseridos no percurso analítico através do acionamento de ambas as válvulas, sendo proporcionais à vazão de bombeamento e tempo de acionamento das mesmas.

Durante o ciclo de abertura, as válvulas  $V_2$  e  $V_3$  são abertas e fechadas simultaneamente, num número de ciclos definido, com o objetivo de otimizar a mistura da amostra e tampão.

O número de replicatas é definido pelo operador, assim como o tempo de leitura, onde ao término deste, a análise reinicia-se com o acionamento simultâneo das válvulas  $V_2$  e  $V_3$ , até o número de replicatas ser concluído.

Repete-se todo experimento programado optando pelo atalho (S) com conseqüente retorno ao acionamento dos números de ciclos das válvulas  $V_2$  e  $V_3$ . Caso a opção seja (N), a análise passa para a próxima etapa.

Na troca da amostra se a opção for (S) a válvula  $V_3$  é acionada por um tempo determinado pelo operador, para então prosseguir com o experimento já programado. Se a opção for (N) o experimento é finalizado gerando um documento com todos os dados da análise.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O estudo espectrofotométrico, realizado após a obtenção do pH apropriado de 9.5, revelou uma banda de absorção para o íon hipoclorito com máximo de sinal obtido em 292nm cuja absorbância cresce linearmente com a concentração do íon (Figura 3).

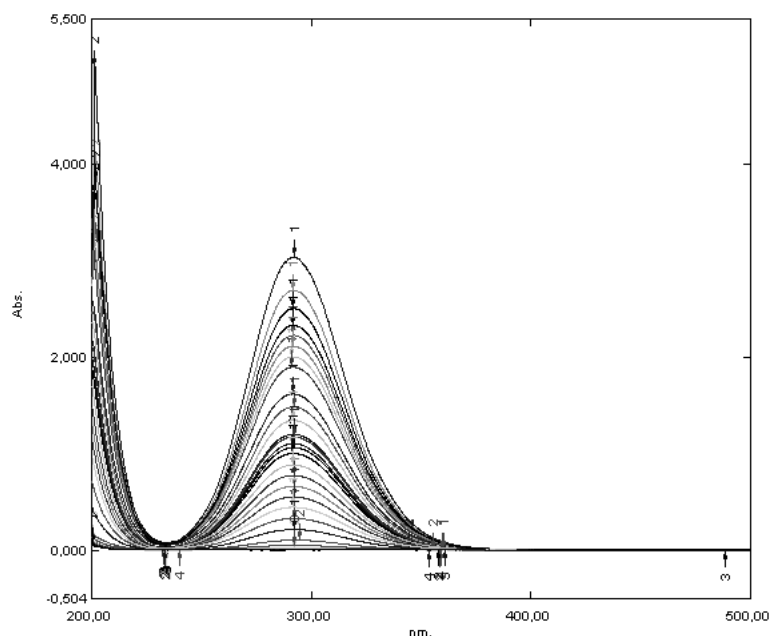


Figura 3. Espectros eletrônicos do íon hipoclorito ( $\lambda = 292 \text{ nm}$ ) num intervalo de concentração 0,65 a 638  $\text{mg.L}^{-1}$ .

A avaliação em sistema de análise em fluxo, foi realizada utilizando módulo de análise apresentado na figura 2. O tempo de abertura das válvulas solenóides foi 0,2 s com 25 ciclos de abertura, vazão 6,0  $\text{ml.min}^{-1}$  e tempo de leitura de 40s. O detector espectrofotométrico foi acoplado a um microcomputador com comandos definidos pelo *software* escrito Quick Basic 4.5

O sistema em fluxo foi otimizado de acordo com os seguintes parâmetros: vazão e número dos ciclos de abertura das válvulas para um percurso analítico previamente estudado de 50 cm (reator).

O número de ciclos que apresentou maior intensidade do sinal analítico foi de 25 como mostra a figura 3 para um tempo de abertura das válvulas de 0,2 segundos.

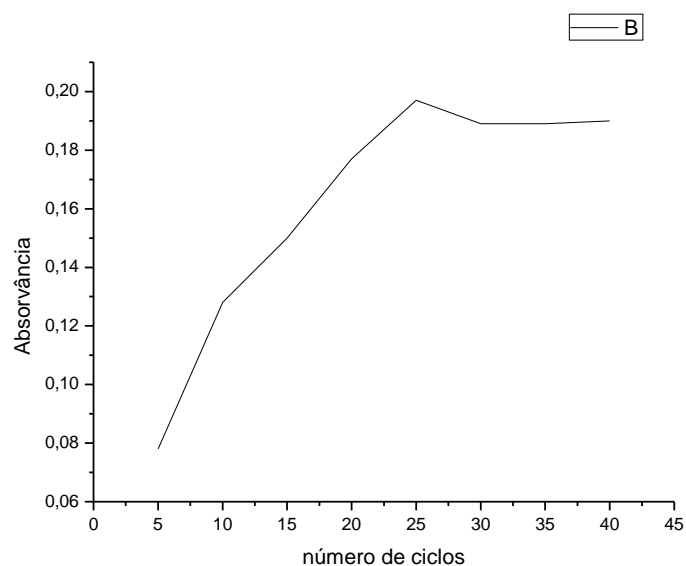


Figura 4. Efeito do número de ciclos na intensidade do sinal analítico.

A vazão que apresentou melhor sinal analítico foi de 6,6  $\text{ml.min}^{-1}$  como mostra a figura 5.

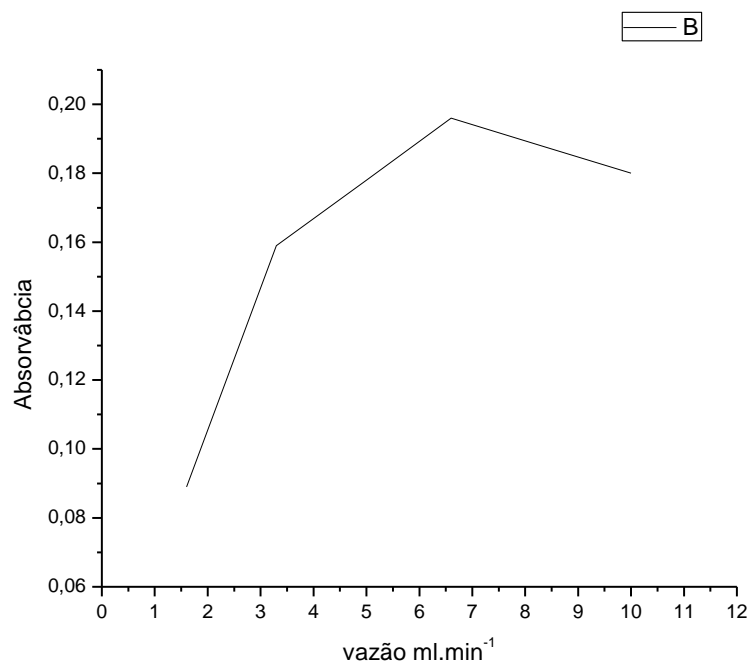


Figura 5. Efeito da vazão em ml.min<sup>-1</sup> na intensidade do sinal analítico.

Diante dessa otimização, o sistema se mostrou repetitivo para  $n=9$ , com desvio padrão absoluto de 0,004, desvio padrão relativo de 1,81%, erro padrão de 0,001 e erro relativo de 0,604% num intervalo de confiança (95%) de  $0,219 \leq x \leq 0,226$ , conforme os fiagramas exibidos na Figura 6.

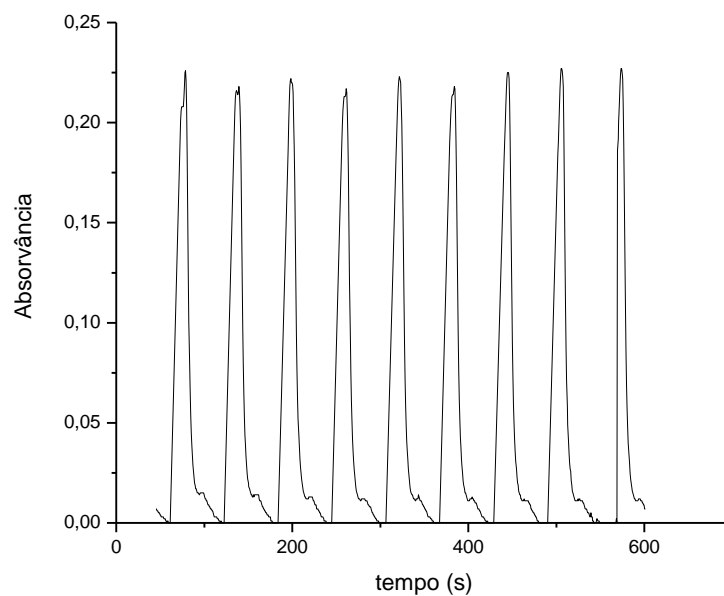


Figura 6. Fiagramas obtidos de soluções com concentração de 100 mg.L<sup>-1</sup> do íon hipoclorito.

Uma curva analítica foi obtida num intervalo de 20 a 200 mg.L<sup>-1</sup> com  $r=0,998$ .(figura 6) O limite de detecção foi estimado em 0,05 mg.L<sup>-1</sup>.

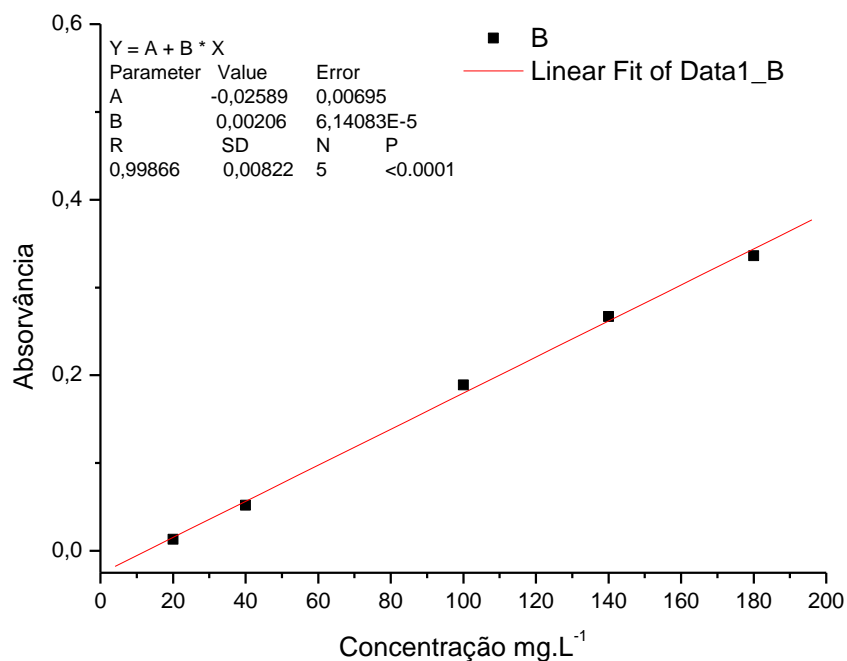


Figura 7. Curva analítica para determinação do hipoclorito.

Com o dimensionamento apresentado, obteve-se uma frequência analítica de 54 leituras de sinais por hora. Com relação ao estudo de interferentes, não houve interferência significativa ao método proposto uma vez que os fatores de interferência se encontraram dentro do valor de 10% acima ou abaixo de 1. Fig. 8

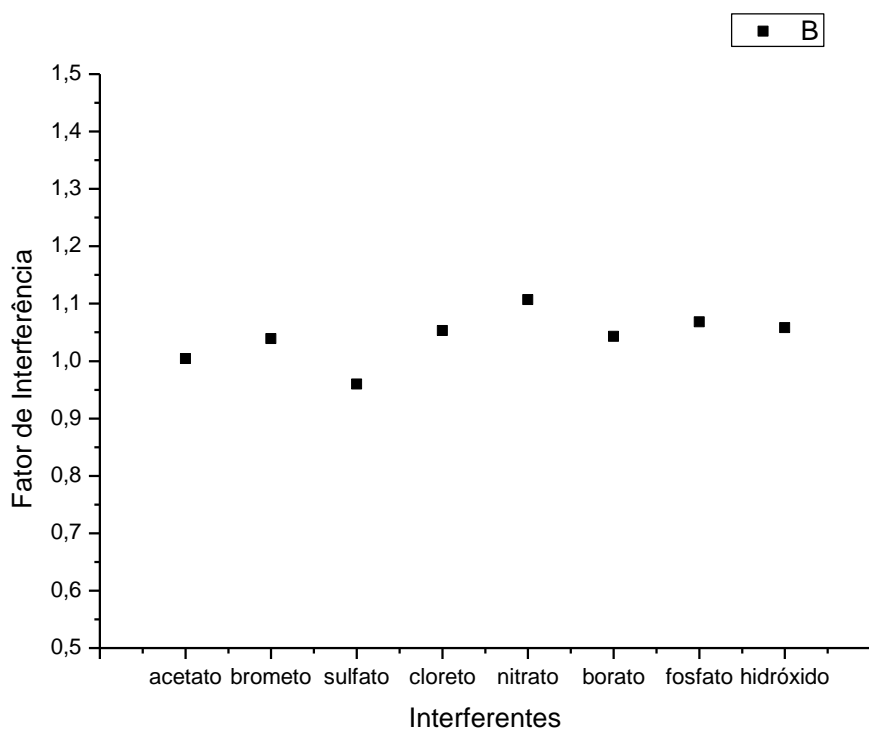


Figura 8. Estudo de interferentes para determinação de hipoclorito

## **6 CONCLUSÃO**

Os estudos preliminares revelaram real potencialidade para a proposição de um método analítico objetivando a determinação do íon hipoclorito de maneira rápida, econômica e ecologicamente aceitável. Para isso, estudos envolvendo possíveis interferentes e aplicação em amostras reais, serão realizados em uma etapa futura.

## **REFERÊNCIAS**

BORGES, S. S.; TEIXEIRA, M. A.; PERDIGÃO, S. R. W.; REIS, B. F., Determinação espectrofotométrica de hipoclorito em desinfetantes baseado na oxidação de leuco cristal violeta em sistema de análise em fluxo.

CHANG, R., Química, 5ª Edição, McGraw-Hill, Lisboa, 1995

MELCHERT, W. R.; ROCHA, F.R.P., Determinação espectrofotométrica de cloro livre em sistemas de análise em fluxo com micro-bombas solenóides. 31ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química, São Paulo, 2008.