

THE USE OF TENSIOACTIVE AGENTS IN THE
TURBIDIMETRIC DETERMINATION OF SULFATES

A. C. Spinola Costa e Jailson B. de Andrade
Instituto de Química da Universidade Federal
da Bahia - Campus Universitário de Ondina -
Salvador - Bahia CEP 40000

Recebido em 02/04/84

Abstract. Several tensoactives agents were studied as stabilizers in the turbidimetric determination of sulfate. Better reproductibility and higher turbidity were obtained by using a mixture of 0,5g Tween 20, 10ml HCl, 300ml ethyl alcohol and 50ml glicerine.

A turbidimetria tem sido o procedimento mais utilizado na determinação de pequenas quantidades de enxofre sob forma de sulfato. A maioria dos procedimentos turbidimétricos utilizam misturas condicionantes visando obter suspensões de sulfato mais estáveis e reprodutíveis. No presente trabalho estudamos o efeito da presença de um agente tensoativo na determinação turbidimétrica de enxofre sob forma de sulfato de bário.

Inicialmente avaliamos o uso de uma mistura contendo ácido clorídrico, etanol, glicerina e um agente tensoativo. Os agentes tensoativos estudados foram Tergitol NPX, Tergitol 4, Tergitol 08, Tergitol p28, Triton X-100, Tween 20, Polietileno Glicol 200 e Polietileno Glicol 400. Entre esses apenas o Tween 20 e o Triton X-100 revelaram-se capazes de estabilizar a suspensão de sulfato de bário. Em ambos os casos o valor da absorvância foi elevado e a reprodutibilidade boa. Entretanto os desvios encontrados nos valores da absorvância em sistemas contendo teores elevados de NaCl e KNO₃ são acentuados com o Triton X-100 e irrelevantes com o Tween 20¹, o que nos levou a optar pelo uso do Tween 20 em nosso estudo.

Misturas condicionantes contendo ácido clorídrico, etanol, glicerina e Tween 20 em várias proporções foram avaliadas e a mistura que produziu suspensões mais estáveis e reprodutíveis contém 10,0ml de ácido clorídrico concentrado, 300 ml de etanol, 50ml de glicerina e 0,5g de Tween 20. A estabilidade das suspensões de sulfato de bário, utilizando a mistura condicionante foi avaliada realizando-se medidas sucessivas de absorvância da suspensão com intervalos de tempo de 5 minutos após interrompida a agitação da mistura. E, até 10 minutos depois da interrupção da agitação, não ocorreu nenhuma variação na absorvância da suspensão.

A reprodutibilidade das suspensões foi avaliada. Os resultados obtidos (tabela I) foram favoráveis à utilização da mistura condicionante.

Tabela I - Estudo da reprodutibilidade. Cinco alíquotas de uma mesma solução de sulfato foram tratadas com cloreto de bário e a mistura condicionante.

alíquota	absorvância
1	0,40
2	0,40
3	0,41
4	0,41
5	0,41
média	0,41
desvio padrão	5,5x10 ⁻³
coeficiente de variância	1,3%

Avaliamos também o efeito da maneira e tempo de agitação, e do tratamento da solução de

cloreto de bário utilizada. Quanto à agitação, observamos que nos experimentos realizados utilizando agitador magnético, os resultados obtidos foram pouco reprodutíveis, possivelmente devido à nucleação heterogênea gerada pelo atrito do bastão com o fundo do recipiente. Utilizando um agitador mecânico, as suspensões obtidas foram mais reprodutíveis. Por esse motivo recomendamos o uso de um agitador mecânico para esse tipo de determinação.

Para avaliação do efeito do tempo de agitação, uma mesma suspensão de sulfato de bário foi agitada continuamente e a cada 2 minutos foram retiradas alíquotas da suspensão e sua absorvância era determinada imediatamente. Períodos de agitação de 2 até 12 minutos não provocam alteração significativa na absorvância da suspensão. A partir de 14 minutos de agitação os valores de absorvância começam a diminuir lentamente.

Treon e Crutchfield² recomendam que na determinação turbidimétrica de sulfato o cloreto de bário seja adicionado sólido pois, segundo esses autores, usando-se soluções aquosas de cloreto de bário, a suspensão obtida não é estável. Nossas observações indicam que com o procedimento proposto é possível a utilização de cloreto de bário em solução e que não há diferença significativa se esta é tratada ou não previamente. Esse fato foi comprovado nas experiências em que utilizamos quatro soluções de cloreto de bário que diferiam entre si no tempo e modo de preparação. A solução número 1 de cloreto de bário foi preparada sob forma de uma solução aquosa 10% m/v, tratada com 2 gotas de ácido sulfúrico, fervida e digerida a quente por um período de 24 horas e, em seguida, filtrada utilizando um filtro de membrana (Millipore) e armazenada durante 6 meses antes

de sua utilização. A solução 2 foi preparada do mesmo modo que a 1, mas envelhecida apenas durante 11 dias. A solução 3 foi preparada 24 horas antes do teste e filtrada imediatamente antes de sua utilização. A solução 4 foi preparada no momento do teste e não recebeu nenhum tratamento. Os resultados obtidos não apresentaram diferenças significativas entre si.

Concluimos que o uso do Tween 20 na mistura condicionante utilizada na determinação turbidimétrica de enxofre, sob forma de sulfato de bário, numa faixa de 50 a 700 ppm de sulfato, revelou-se satisfatório, permitindo o uso de cloreto de bário em solução aquosa e produzindo suspensão estáveis. A curva de calibração obtida na faixa de concentração estudada foi $A = 1,476C + 0,0063$ (A é a absorvância da suspensão e C a concentração de sulfato em mg/ml) com um coeficiente de correlação 0,994.

O procedimento que recomendamos é pipetar para um recipiente seco 25ml da solução cujo teor de sulfato se quer determinar, adicionar 25ml da mistura condicionante e 5,0ml de uma solução 10% de BaCl₂. Agitar por um período de 2 a 5 minutos, utilizando um agitador mecânico e determinar a absorvância num comprimento de onda entre 450 e 500 nm.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. J. B. de Andrade, "Ação de agentes tensoativos na determinação turbidimétrica de sulfato", Tese de mestrado, IQ-UFBA, Salvador-Bahia, dezembro de 1978.
2. J. F. Treon e W. E. Crutchfield Jr. Ind. and Eng. Chem. 14(d): 119-121, feb., 1942.