

ESTUDO COMPARATIVO ENTRE OS MÉTODOS DE CROMATOGRAFIA DE IONS E TURBIDIMETRIA NA DETERMINAÇÃO DE SULFATO EM BAIXOS NÍVEIS DE CONCENTRAÇÃO.

M.G.M. Andrade, A.C. Spinola Costa e Jailson B. de Andrade
(Instituto de Química - Universidade Federal da Bahia,
Campus de Ondina, 40.210-Salvador, BaFAX (071)237-5524)

ABSTRACT

In this work was made a comparison study between the ion chromatography and turbidimetry for the determination of sulfate in low concentration levels ($< 25 \mu\text{g/mL}$). Turbidimetry can be used to determine sulfate, without addition of tensoactive agents or protector colloids, if the reaction with BaCl_2 is made under sonication.

INTRODUÇÃO

A turbidimetria tem sido o procedimento mais utilizado na determinação de sulfato em águas, por ser um método seletivo, simples e rápido⁽¹⁾. A maioria dos procedimentos turbidimétricos utilizam misturas condicionantes compostas de colóides protetores ou agentes tensoativos visando a obtenção de suspensões de sulfato mais estáveis e reprodutíveis⁽¹⁻⁵⁾.

Com o objetivo de avaliar a aplicabilidade da turbidimetria na determinação de sulfatos em baixos níveis de concentração, foi realizado, no presente trabalho, um estudo comparativo entre a determinação de sulfato por cromatografia de ions (IC) e por turbidimetria (TU) sem a utilização de agentes tensoativos ou colóides protetores.

PARTE EXPERIMENTAL

Reagentes

Todas as soluções utilizadas neste estudo foram preparadas com reagentes de qualidade analítica e água destilada e desionizada. A solução estoque de sulfato contém $1000 \mu\text{g/mL}$ de SO_4^{2-} . As soluções de trabalho foram preparadas na faixa de 2 a $30 \mu\text{g/mL}$, sendo que as utilizadas no procedimento turbidimétrico continham 2,7% de HCl (v/v). O cloreto de bário foi adicionado no estado sólido.

Equipamentos

Espectrofotômetro UV/VIS Micronal, modelo B382 equipado com cubetas de vidro de 1 cm, banho de ultra-som Microsonic SX-10, agitador magnético Ikamaq Ret, cromatógrafo de ions Dionex 4000i equipado com detector de condutividade Dionex, pré-coluna e coluna analítica Ion-Pac AS5A, 5 μm , membrana supressora AMMS e registrador/integrador Intralab 4290. As condições utilizadas na cromatografia de ions foram: fase móvel $\text{Na}_2\text{CO}_3/\text{NaHCO}_3$ (0,0031M/0,0039M) em eluição isocrática a 0,8 mL/min, volume injetado de 10 μL e detecção da condutividade em 30 μS . No procedimento turbidimétrico, foram adicionados 0,3 g de BaCl_2 sólido à 10 mL de solução de sulfato, ou amostra, sob sonicação durante 5 minutos. As medidas foram realizadas cerca de 50 minutos após interrompida a sonicação.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A utilização de turbidimetria na determinação de espécies químicas está condicionado, entre outros, à obtenção de suspensões estáveis, reprodutíveis e que apresentem boa sensibilidade^(3,4). Na Figura 1 pode ser observado o efeito do tempo (5 e 10 minutos) e tipo de agitação, mecânica e sonicação, sobre a estabilidade e absorvância de uma suspensão de sulfato de bário onde a concentração de sulfato é $10 \mu\text{g/mL}$. A utilização de agitação magnética durante 5 ou 10 minutos revelou suspensões estáveis (Figuras 1a e 1c), mas de absorvâncias menores do que as respectivas suspensões obtidas sob sonicação (Figuras 1b e 1d). O procedimento que apresentou maiores valores de absorvância e um boa estabilidade foi através da obtenção da suspensão sob sonicação, durante 5 min, e a realização da medida da absorvância, por TU, 20 minutos após a interrupção da sonicação. Pode ser observado na Figura 1d que mesmo aos 100 minutos a suspensão não apresentou variação nos valores de absorvância. Nas etapas seguintes deste estudo, nas determinações por TU, a suspensão foi formada sob

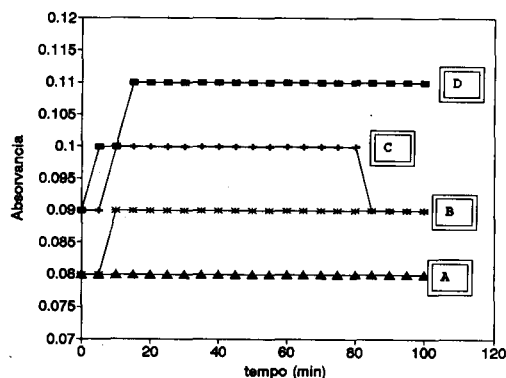


Figura 1 - Estudo do efeito do tempo e da forma de agitação na estabilização de uma suspensão de sulfato de bário contendo $10 \mu\text{g/mL}$ de SO_4^{2-} . A) agitação magnética por 10 min; B) sonicação por 10 min; C) agitação magnética por 5 min e D) sonicação por 5 min.

Tabela I - Concentrações de sulfato* ($\mu\text{g/mL}$) em amostras de água: determinação por turbidimetria e cromatografia de ions.

| Amostra | Turbidimetria | Cromatografia de ions |
|---------|------------------|-----------------------|
| A | $12,47 \pm 0,17$ | $12,43 \pm 0,30$ |
| B | $11,29 \pm 0,18$ | $11,60 \pm 0,28$ |
| C | $8,86 \pm 0,11$ | $9,33 \pm 0,28$ |
| D | $6,85 \pm 0,25$ | $6,86 \pm 0,24$ |
| E | $7,84 \pm 0,28$ | $7,27 \pm 0,27$ |

* as determinações foram feitas em triplicata

sonicação, durante 5 minutos e a quantificação foi realizada entre 20 e 100 minutos após a interrupção da sonicação.

Na tabela I encontra-se os valores de concentração de sulfato determinados em cinco diferentes amostra de água através de TU e IC. A aplicação do teste t pareado aos dois conjuntos de resultados (TU e IC) revelou um valor de $t = 2,23$ quando o valor tabelado (99%) é 4,60. O que indica que não existam diferenças significativas entre os dois procedimentos analíticos.

CONCLUSÕES

Considerando-se a CI como metodologia de referência, pode-se concluir que a quantificação de sulfatos em baixos níveis de concentração, $> 5 \mu\text{g/mL}$, pode ser feita através de turbidimetria, sem a utilização de agentes tensoativos ou colóides protetores, desde que a reação com BaCl_2 seja realizado sob sonicação e a medida da absorvância efetuada 20 minutos após de interrompida a sonicação..

AGRADECIMENTOS

A Tulio Cesar Albiani Alves pela ajuda na etapa inicial deste estudo e ao CNPq pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

1. Marckenzo, Z., "Spectrophotometric Dtermination of Elements", Ellis Horwood Limited, Sussex, England (1976) p.p. 504-506.
2. Babko, A.K.; Pilipenko, A.T., "Photometric Analysis", Mir Publishers, Moscow (1976) p.p. 227-228.
3. de Andrade, J.B., "Ação de Agentes Tensoativos na Determinação Turbidimétrica de Sulfato" Dissertação de Mestrado, IQ-UFBA (1978).
4. Costa, A.C.S.; de Andrade, J.B., Química Nova(1985)4,63
5. Perna, P.M.S.G.; Velloso, N.C.F.; Neves, E.A., IV Encontro Nacional de Química Analítica, Resumos, IQ-USP, São Paulo(1987)B18.