
Comparação de método titulométrico oficial com método titulométrico automático na determinação do cloro ativo presente nas águas sanitárias e hipocloritos

Maria Cristina SANTA BÁRBARA¹, Ligia Luriko MIYAMARU¹, Luz Marina TRUJILLO¹, Helena Miyoco YANO¹

¹Centro de Medicamentos Cosméticos e Saneantes – Instituto Adolfo Lutz

A água sanitária é uma solução aquosa com a finalidade de desinfecção e alvejamento, em que a substância ativa é o hipoclorito de sódio ou de cálcio, com teor de cloro entre 2,0 e 2,5 % p/p, podendo conter apenas os seguintes componentes complementares: hidróxido de sódio ou cálcio, cloreto de sódio ou cálcio e carbonato de sódio ou cálcio. A solução de hipoclorito com a finalidade de alvejamento e/ou desinfecção, cuja substância ativa também é o hipoclorito de sódio ou cálcio, difere da água sanitária por ser um produto mais concentrado, com teor de cloro ativo entre 3,9 e 5,6 % p/p, podendo conter estabilizantes, corantes, fragrâncias, sequestrantes e/ou tensoativos em sua formulação. O controle da concentração de cloro ativo é importante, pois a ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária) define o intervalo entre 2,0 a 2,5 % p/p para fins de registro do produto, uma vez que uma quantidade menor do que o estabelecido na legislação implica que o produto não será eficiente, e acima do permitido significa que uma quantidade maior de cloro (liberado na forma de gás) pode ser inalado¹.

O presente estudo teve como objetivo otimizar o método utilizado na rotina do laboratório, comparando o método manual (oficial) a um sistema alternativo automatizado. O método oficial utilizado na determinação do cloro ativo é um procedimento analítico simples e clássico; baseia-se na titulação por iodometria cujo princípio é adicionar iodeto de potássio à amostra em meio ácido para a liberação de iodo, que é titulado com uma solução padronizada de

tiossulfato de sódio 0,1 molar, utilizando solução de amido como indicador do ponto final da titulação.

Para a determinação automática utilizou-se o titulador automático da Metrohm Pensalab cujas buretas estavam devidamente calibradas de acordo com a Rede Brasileira de Calibração (RBC), e a reação procedeu-se da mesma maneira que o ensaio oficial exceto por não fazer uso do indicador para observar o final da reação. No titulador automático, é possível produzir diretamente uma curva de titulação relacionada com uma titulação potenciométrica e o registro é dado em mV em função do volume de titulante adicionado; conforme figura 1, o processo é automático e, ao final, a concentração da substância é determinada pelo software do equipamento.

Para o presente estudo efetuou-se a determinação de cloro ativo utilizando seis (06) replicatas para cada método analítico em 03 amostras, sendo duas de água sanitária (A e B) e uma de hipoclorito de sódio (C), sendo que este produto é uma matéria prima, portanto, possui maior concentração de cloro ativo. A comparação entre os métodos manual e automatizado foi realizada por meio de médias, seus respectivos desvios padrão e suas variâncias. Para concluir o estudo utilizou-se o teste F mono-caudal, pois o objetivo é demonstrar que o método automático é mais preciso que o manual. Calculou-se o valor de F, obtendo-se os resultados que estão demonstrados na tabela 1. O resultado de F observado foi maior que F crítico (5,050) no nível de confiança de 95,0 %, assumindo que não existe igualdade entre as variâncias do método automático e

manual. Observou-se ainda que as médias entre ambos foram próximas, e que o desvio padrão no método automático foi muito pequeno demonstrando uma melhor precisão². Para o cálculo de incerteza foram avaliados os seguintes componentes: a concentração da solução de tiosulfato de sódio, a incerteza definida no certificado de calibração das buretas (de vidro e a do titulador automático), a variação de temperatura, a incerteza do volume final, a incerteza da massa referente à calibração da balança analítica e a incerteza da repetibilidade do ensaio. O resultado

final da incerteza com 95 % de confiança para o teor de cloro ativo foi $\pm 0,02$ % p/p e $k=2,0$, calculado para as amostras de água sanitária e hipoclorito de sódio³.

Concluimos que o método manual pode ser substituído pelo método automático, pois este apresentou uma melhor precisão e é muito mais rápido, oferecendo ainda as vantagens de eliminar prováveis erros sistemáticos de procedimento tais como: ajuste inadequado do menisco do volume na bureta, uso de indicador em maior ou menor quantidade que o necessário e visualização do ponto final da reação.

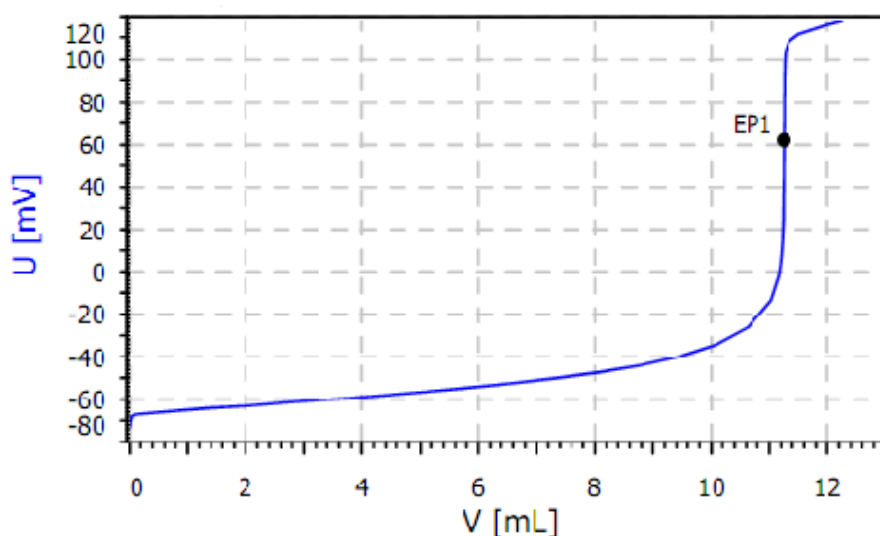


Figura 1. Ponto de equivalência do teor de cloro da automática da amostra de água sanitária utilizando o titulador automático acoplado ao eletrodo de platina e como titulante a solução de tiosulfato de sódio 0,1 M.

Amostras	A		B		C	
Técnica titrimétrica	Manual	Automática	Manual	Automática	Manual	Automática
Média (% p/p)	2,47	2,46	2,39	2,39	3,95	3,97
Desvio Padrão	0,02	0,001	0,01	0,001	0,03	0,001
*DPR (%)	0,80	0,04	0,42	0,04	0,76	0,02
Teste F	400		100		900	

*DPR= desvio padrão relativo; F crítico = 5,050

Tabela 1. Resultados de análise por titulação manual e automática das amostras de água sanitária e hipoclorito de sódio.

REFERÊNCIAS

1. Brasil. Ministério da Saúde. Resolução RDC nº 55, de 10 de novembro de 2009. Dispõe sobre regulamento técnico para produtos saneantes categorizados como água sanitária e alvejante à base de hipoclorito de sódio ou hipoclorito de cálcio. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil. Brasília, DF, 13 nov. 2009. Seção 1, p.42.
2. Cienfuegos F. Estatística aplicada ao laboratório. Rio de Janeiro: Editora Interciência, 2005; 200.
3. EURACHEM / CITAC Guide CG4. Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement. Third Edition. QUAM: 2012; 1.
4. Hottes S & Clain A F. Estimativa dos erros de medição associado ao uso inadequado e condições extremas do indicador em uma titulação ácido-base. Revista eletrônica, Vassouras; (3); 2010; 45-56.