

**CENTRO PAULA SOUZA
ETEC JÚLIO DE MESQUITA
ETIM QUÍMICA**

**Gabriel Mendes Duarte
Gustavo Ribeiro Bernardo
Rafael Ferreira Reis
Lucas Almeida Yamamoto
Ulian**

**ANÁLISE DE PH E TEOR DE CLORO ATIVO EM ÁGUAS
SANITÁRIAS COMERCIAIS E CLANDESTINAS**

**São Paulo
2022**

Gabriel Mendes Duarte
Gustavo Ribeiro Bernardo
Rafael Ferreira Reis
Lucas Almeida Yamamoto
Ulian

**ANÁLISE DE PH E TEOR DE CLORO ATIVO EM ÁGUAS
SANITÁRIAS COMERCIAIS E CLANDESTINAS**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso Técnico em
Química da Etec Júlio da Mesquita
orientado pela Profa. Maria do Socorro
como requisito parcial para a obtenção
do título em técnico em química

São Paulo
2022

Resumo

Os saneantes são substâncias muito utilizadas na limpeza e desinfecção de ambientes, e nessa categoria é incluída a água sanitária, que se trata de uma solução aquosa contendo o ânion hipoclorito (ClO^-) e agentes estabilizantes. As normas do controle de qualidade da água sanitária é feito pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), pois concentrações indevidas do hipoclorito na água sanitária podem torná-la ineficiente ou prejudicar a saúde daqueles que a utilizam. Neste trabalho, foram selecionadas águas sanitárias comerciais e clandestinas, e foram realizadas análises iodométricas, visando obter o teor de cloro ativo que cada uma delas possuía, bem como seu pH, para a comparação com as normas da ANVISA. Também foram selecionadas uma amostra de água sanitária comercial e uma amostra de água sanitária clandestina para observar sua degradação com o tempo. Os resultados demonstram que boa parte das águas sanitárias vendidas de maneira clandestina não se encaixam nos parâmetros da ANVISA.

Abstract

Sanitizing agents are substances widely used in cleaning and disinfection of environments, and this category includes bleach, which is an aqueous solution containing the hypochlorite anion (ClO^-) and stabilizing agents. The standards for the quality control of bleach are made by the National Health Surveillance Agency (ANVISA), as undue concentrations of hypochlorite in bleach can make it inefficient or harm the health of those who use it. In this work, commercial and clandestine bleaches were selected, and iodometric analyzes were performed, aiming to obtain the active chlorine content that each one had, as well as its pH, for comparison with ANVISA standards. A sample of commercial bleach and a sample of clandestine bleach were also selected to observe its degradation over time. The results show that most of the bleaches sold clandestinely do not fit ANVISA's parameters.

Sumário

1.	INTRODUÇÃO	5
1.1	Água sanitária	5
1.2	Hipoclorito de sódio e sua ação de desinfecção	6
1.3	Volumetria de oxirredução e cloro ativo	6
1.4	Determinação do pH	7
2.	OBJETIVO GERAL	9
2.1	Objetivos Específicos	9
3.	PARTE EXPERIMENTAL	10
3.1	Aferição da vidraria	10
3.2	Obtenção das amostras	10
3.3	Reagentes e soluções	11
3.3.1	Solução de ácido sulfúrico 50%	11
3.3.2	Solução de hidróxido de sódio 2,0 mol/L	11
3.3.3	Solução de amido 1%	11
3.3.4	Solução de iodeto de potássio 5%	11
3.3.5	Preparo e padronização da solução de tiosulfato de sódio 0,1 N	11
3.4	Procedimento experimental	12
3.4.1	Determinação da densidade	13
3.4.2	Determinação do teor de cloro ativo	13
3.4.3	Determinação do pH	14
3.5	Cálculos	14
4.	RESULTADOS	15
5.	CONSIDERAÇÕES FINAIS	19
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	20

1. INTRODUÇÃO

Os saneantes são definidos como produtos destinados a limpeza e a conservação de ambientes. A água sanitária se trata de um saneante que também possui ação alvejante, composto por uma solução aquosa de hipoclorito de sódio ou cálcio, e outros produtos para a estabilização. Devido ao seu amplo uso, saneantes devem passar por um rigoroso controle de qualidade, sendo este realizado de acordo com as normas da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), devendo ser realizado para que se certifique de que a formulação do saneante a ser comercializado não cause danos aos ambientes em que será utilizado, e nem prejudique a saúde daqueles que o utilizarão. Desta forma, pesquisas devem ser incentivadas na sua formulação e em seu controle, para que a limpeza e a conservação dos ambientes seja realizada com cada vez mais qualidade e segurança (BRASIL, 2016).

1.1 Água sanitária

De acordo com a Resolução-RDC N° 110 de 6 da ANVISA (2016), a água sanitária é um agente de desinfecção e alvejamento, que possui como agente ativo o hipoclorito de sódio ou cálcio. A resolução também informa as diretrizes sobre o teor de cloro ativo e o pH do produto, sendo que o primeiro deve estar na faixa de 2,0 a 2,5% p/p (peso por peso), e o segundo deve estar na faixa de 11,5 a 13,5. Isto se deve ao fato de que uma alta quantidade de cloro ativo dissolvida pode causar danos ao ambiente e à saúde do indivíduo que irá utilizar o produto, e uma baixa quantidade torna a ação alvejante do produto ineficiente, e o seu pH deve ser controlado a fim de manter a estabilidade do hipoclorito dissolvido e evitar danos e queimaduras. Ambas as diretrizes devem permanecer vigentes e serem observadas durante o prazo de validade do produto. Além disso, a ANVISA estabelece alguns produtos que podem ser utilizados para auxiliar na estabilidade do cloro ativo, como hidróxido de sódio, hidróxido de cálcio, cloreto de sódio, cloreto de cálcio, carbonato de sódio e carbonato de cálcio (BRASIL, 2016).

1.2 Hipoclorito de sódio e sua ação de desinfecção

Historicamente, vários métodos de síntese do hipoclorito foram testados por diversos cientistas. O método mais utilizado atualmente foi desenvolvido pelo químico Antoine Germain Labarreque (1777 – 1850) (SILVA, 2011).

As soluções de hipoclorito de sódio possuem uma cor amarelo clara, e se decompõem sob luz e calor, formando cloreto, clorato, oxigênio e cloro livre. O ânion hipoclorito se trata de um forte agente oxidante, utilizado na produção de hidrazina (N_2H_4) e na remoção de odores causados por alguns compostos sulfurados. Deve ser manuseado com uma certa cautela, pois sua reação com ácidos produz cloro gasoso (Cl_2), que é altamente tóxico se inalado, e sua reação com sais de amônio produz compostos instáveis como a cloramina, que pode causar danos à saúde. (LUCCA, 2006)

As aplicações comerciais incluem o tratamento de água para consumo doméstico, desinfecção e tratamento de água presente em circuitos, piscinas, canalizações, águas industriais e higiene de alimentos no geral, além de possuir propriedades fungicidas e eliminação de poluentes como cianetos, nitritos, derivados de enxofre e íons metálicos (LUCCA, 2006)

O hipoclorito de sódio puro é um sal produzido através da reação do gás cloro (Cl_2) com o hidróxido de sódio (NaOH) em solução. Tal reação é representada pela equação:



Na água sanitária, ocorre a hidrólise deste sal na água, gerando o ácido hipocloroso (HClO), que é o responsável pela ação alvejante desta. Os efeitos de desinfecção são realizados através do equilíbrio formado entre os ânions hipoclorito, o ácido hipocloroso e o hidróxido de sódio, que pode ser representado pela seguinte reação: (LIMA, 2018)



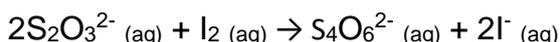
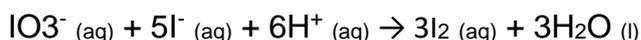
1.3 Volumetria de oxirredução e cloro ativo

A volumetria de oxirredução é um método de volumetria que se baseia em reações de oxirredução, ou seja, em reações que ocorrem a troca de elétrons e a alteração do número de oxidação das espécies envolvidas (SKOOG et al, 2006)

O teor de cloro ativo indica a quantidade de hipoclorito disponível no produto que possui ação alvejante. A determinação do cloro ativo pode ser feita através de volumetria de oxirredução utilizando iodo, sendo a iodometria o método geralmente utilizado neste procedimento, que consiste na titulação indireta dos íons hipoclorito (ClO^-) utilizando um excesso de ânions iodeto (I^-), os quais serão oxidados pelo hipoclorito, formando iodo molecular (I_2), que será posteriormente titulado com uma solução de tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) e reduzido novamente a iodeto (TEIXEIRA, 2016).

O processo é realizado em meio ácido, para que o íon tiosulfato não sofra oxidação. O amido é utilizado como indicador, porém é adicionado próximo ao ponto de viragem para evitar sua decomposição em soluções concentradas de iodo. (SKOOG et al, 2006).

Antes de realizar o processo de iodometria, a padronização da solução de tiosulfato de sódio deve ser realizada, podendo-se utilizar uma massa conhecida do padrão-primário iodato de potássio (KIO_3) após este ter sido deixado na estufa durante 1 hora. Neste caso, o ânion iodato (IO_3^-) será o responsável por oxidar o iodo, formando o iodo molecular, e este último será titulado com a solução de tiosulfato de sódio, e através do volume gasto, poderá ser medida a sua concentração real. Este processo é representado pelas seguintes reações (TEIXEIRA, 2016)

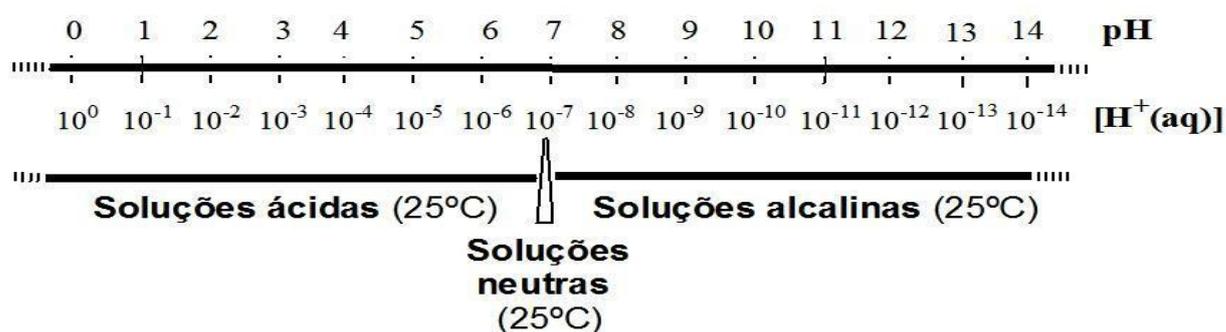


Como padrão-primário para a padronização da solução de tiosulfato, pode-se também utilizar reagentes como o dicromato de potássio, o bromato de potássio, o hidrogeniodato de potássio, o hexacianoferrato III de potássio e cobre metálico, sendo necessário conhecer a estequiometria destas substâncias com o tiosulfato de sódio (SKOOG et al, 2006).

1.4 Determinação do pH

O pH é definido como a concentração de íons H^+ em determinada . É possível atribuir a partir do valor da medida de pH caracteres ácido (valores de pH 0,00 a 7,00), alcalino (valores de pH 7,00 a 14,00) e ainda caráter neutro (pH igual a 7,00) aos materiais. (MUNIZ, 2006)

Figura 1: Escala de pH em função da concentração de íons H^+



Fonte: (CORRÊA, 2013)

Para a determinação do pH da amostra, utiliza-se um pHmetro, que é um aparelho que mede a acidez e basicidade das soluções através de um eletrodo de vidro. Este eletrodo consiste em uma membrana de vidro contendo uma solução de ácido clorídrico (HCl) que serve de referência e cujo potencial e o pH permanecem constantes. Ao entrar em contato com a solução a ser analisada, íons H^+ são trocados através da membrana e o eletrodo mede a diferença de potencial e o cálculo do pH com base no resultado obtido através da equação de Nerst (ANDRADE, 2011):

$$E = E^0 + \left(\frac{2,3RT}{F}\right)pH$$

Onde:

E = Potencial gerado na membrana de vidro

E^0 = Potencial padrão

R = Constante universal dos gases

T = Temperatura absoluta

F = Constante de Faraday

Desta maneira, é possível determinar o pH da solução e comparar com os parâmetros da ANVISA para realizar o controle de qualidade (BRASIL, 2016).

2. OBJETIVO GERAL

Analisar o pH e a concentração de hipoclorito de sódio em águas sanitárias comerciais e clandestinas.

2.1 Objetivos Específicos

Determinar o teor de hipoclorito de sódio em amostras de água sanitária através do método da iodometria e determinar o pH delas;

Verificar se as amostras seguem a norma da ANVISA para o pH e o teor de cloro ativo;

3. PARTE EXPERIMENTAL

3.1 Aferição da vidraria

Para a aferição da pipeta volumétrica de 10 mL, foi pesado previamente um Becker seco em uma balança analítica da marca “SHIMADZU” e adicionou-se 10 mL água, com a mesma pipeta e pesou-se ele novamente na mesma balança. Esse procedimento foi feito em quadruplicada.

Para determinação da densidade da água, mediu-se sua temperatura e descobriu-se seu valor analisando a tabela abaixo.

Quadro 1: Valores para densidade da água (g/cm³), em diferentes temperaturas (°C)

TEMPERATURA	DENSIDADE
3,98	1
15,0	0,99913
18,0	0,99862
19,0	0,99842
20,0	0,99823
21,0	0,99814
22,0	0,99803
22,5	0,99759
23,0	0,99751
23,5	0,99745
24,0	0,99721
24,5	0,99716
25,0	0,99707
25,5	0,99694
26,0	0,99681
26,5	0,99667
27,0	0,99654
27,5	0,99640
28,0	0,99626
29,0	0,99597
30,0	0,99567
31,0	0,99537
32,0	0,99505

Fonte: (DOCSITY, 2010)

3.2 Obtenção das amostras

As amostras de água sanitária, foram coletadas nos comércios dos municípios de Mauá, Rio Grande da Serra, Santo André e São Paulo – SP. Foram feitas as análises no Laboratório de Química da ETEC Júlio de Mesquita. Foram adquiridas no total 12 amostras de água sanitária, sendo que 5 amostras são de origem comercial, 7 de origem clandestina e dentro desses 7, duas são produto

denominado “cloro”, que consiste em uma água sanitária de origem exclusivamente clandestina, que promete apresentar uma maior concentração de cloro ativo, normalmente sendo vendida em altas concentrações para serem diluída antes do uso.

3.3 Reagentes e soluções

3.3.1 Solução de ácido sulfúrico 50%

A solução foi preparada de ácido sulfúrico 50% a partir da diluição de aproximadamente 278 mL de ácido sulfúrico 98% diluído com água deionizada em um balão volumétrico de 500 mL, enquanto o mesmo, está em banho frio e dentro de uma capela.

3.3.2 Solução de hidróxido de sódio 2,0 mol/L

A solução de hidróxido de sódio 2,0 mol/L foi preparada a partir da dissolução aproximadamente 80 g desse reagente dissolvido com água deionizada em um Becker, enquanto o mesmo, estava em banho maria. Após a solução esfriar, transferiu-se para um balão volumétrico de 1 L e completou com água deionizada.

3.3.3 Solução de amido 1%

A solução de amido 1% foi preparada a partir da dissolução de aproximadamente 0,5 g desse reagente dissolvido com 50 mL de água deionizada previamente fervida em um Becker e após a solução esfriar, a filtrou-se usando algodão.

3.3.4 Solução de iodeto de potássio 5%

A solução iodeto de potássio 5% foi preparada dissolvendo-se aproximadamente 2,5 g desse reagente dissolvido com água deionizada em um balão volumétrico de 50 mL.

3.3.5 Preparo e padronização da solução de tiosulfato de sódio 0,1 N

Para o preparo da solução dissolveu-se exatamente 12,409 g de tiosulfato de sódio penta hidratado dissolvido com água deionizada em um Becker, depois adicionou-se 0,0979 g de carbonato de sódio P.A, logo após, transferiu-se para um balão volumétrico de 500 mL e completou-se com água deionizada. Após deixar a solução em repouso por uma semana, sua padronização foi feita utilizando aproximadamente 0,0357 g de iodato de potássio previamente dessecado na estufa.

O KIO_3 foi transferido para um Erlenmeyer e adicionou-se 2 mL de ácido sulfúrico 50%, 3 mL de iodeto de potássio 5% e um pouco de água deionizada. Logo após titulou-se com a solução de tiosulfato até a solução apresentar uma coloração amarela pálida, em seguida, adicionou-se 1 mL da solução de amido e continuou a titulação até a solução ficar transparente. Esse procedimento foi feito em triplicada. As imagens dos pontos de viragem estão apresentadas abaixo:

Figura 2: solução antes da titulação



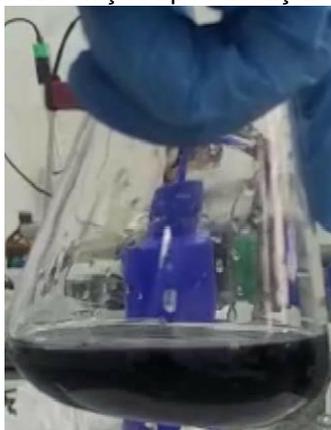
Fonte: Do próprio autor, 2022

Figura 3: Solução no ponto de viragem



Fonte: Do próprio autor, 2022

Figura 4: Solução após a adição do amido



Fonte: Do próprio autor, 2022

Figura 5: solução após o novo ponto de viragem



Fonte: Do próprio autor, 2022

3.4 Procedimento experimental

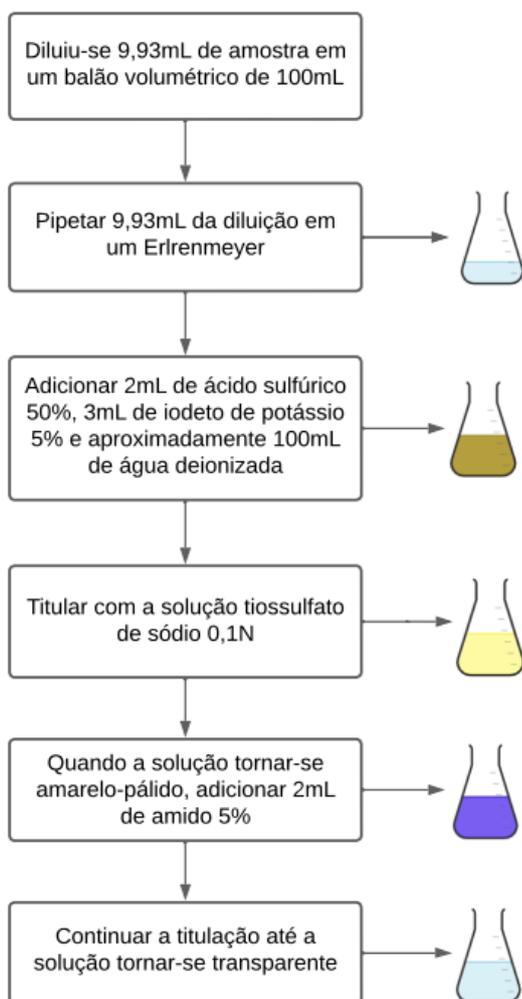
Para fazer a determinação de cloro ativo foi feito antes a determinação da densidade de cada amostra. Os procedimentos experimentais serão apresentados em formato de fluxograma.

3.4.1 Determinação da densidade

Para a determinação da densidade da amostra, primeiro pesou-se um Becker tampado com um vidro de relógio. Logo após anotar a massa, pipetou-se 9,93mL da amostra no Becker, tampou-o com o vidro de relógio e então pesou-o novamente.

3.4.2 Determinação do teor de cloro ativo

Figura 6: fluxograma da determinação do teor de cloro ativo



Para a análise das amostras de “Cloro” foi feito o mesmo procedimento, mas em vez de diluir a amostra em um balão volumétrico de 100 mL, utilizou-se um balão volumétrico de 500 mL para fazer a diluição.

3.4.3 Determinação do pH

Para a calibragem do pHmetro, marca MS TECNOPON Instrumentações, foram usadas soluções de pH conhecido de 6,86, 4,00 e 10,01. E para a determinação do pH, o eletrodo foi mergulhando nas amostras em um Becker e foi anotado o valor quando ocorreu a estabilização.

3.5 Cálculos

Para determinar o teor de cloro ativo nas amostras, usou-se a seguinte fórmula:

$$Cl\% = \frac{V \times N \times 35,45 \times 100\%}{m}$$

Onde:

V = Volume de tiosulfato gasto, em litros, na titulação.

N = Normalidade real do tiosulfato descoberta na padronização.

m = Massa da amostra, em gramas.

4. RESULTADOS

Para uma melhor visualização dos resultados, estes foram dispostos na seguinte tabela:

Tabela 1: Resultados das análises de pH e cloro ativo das amostras

Amostra	pH	Teor de cloro ativo (%)	Obtenção
1	11,94	2,47 ± 0,06	Comercial
2	12,77	2,36 ± 0,03	
3	11,96	2,00 ± 0,02	
4	12,55	2,15 ± 0,03	
5	12,57	2,07 ± 0,02	
6	13,14	1,81 ± 0,06	Clandestina
7	11,65	2,96 ± 0,04	
8	12,00	0,71 ± 0,00	
9	12,43	3,85 ± 0,02	
10	12,56	2,71 ± 0,04	
11	12,50	5,00 ± 0,09	"Cloro"
12	12,74	7,85 ± 0,12	

Com os resultados das análises, é possível observar que todas as amostras obtidas comercialmente estão aprovadas de acordo com a norma estabelecida pela ANVISA. Com relação às amostras obtidas clandestinamente, nenhuma delas se enquadrou na norma da ANVISA em relação ao teor de cloro ativo.

Os gráficos a seguir apresentam os resultados obtidos com uma melhor visualização:

Gráfico 1: Teor de cloro ativo das amostras de água sanitária

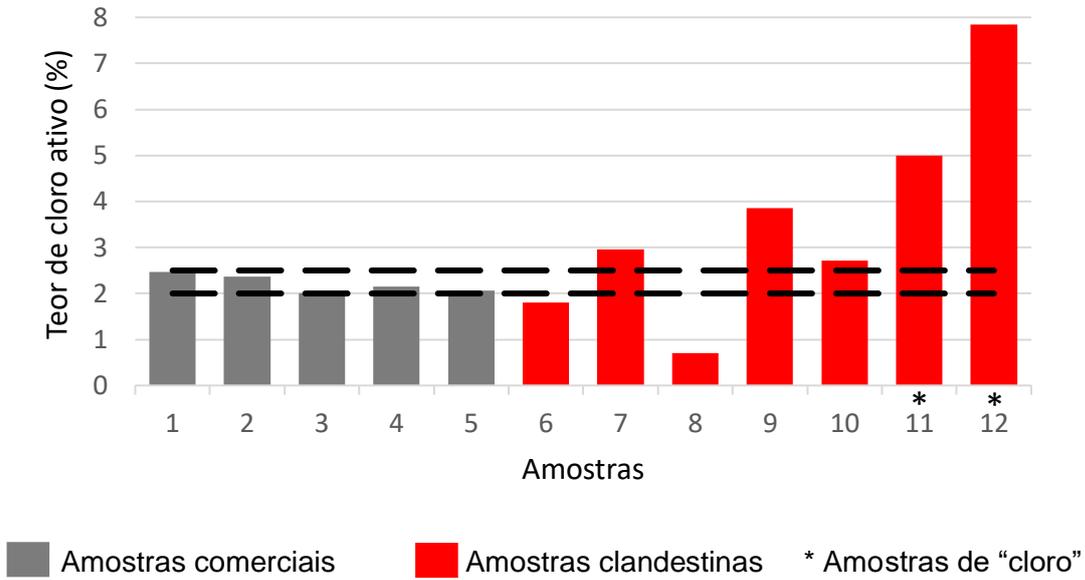
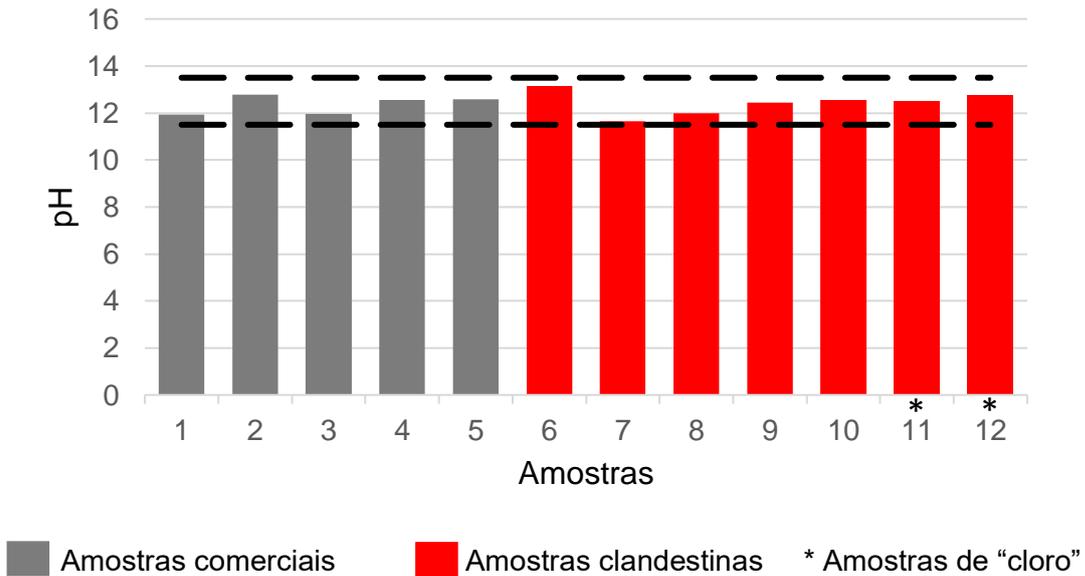


Gráfico 2: pH das amostras de água sanitária



Com relação às análises para a degradação das amostras, os resultados podem ser visualizados nas seguintes tabelas:

Tabela 2: Dados das análises da degradação da água sanitária comercial (amostra 1)

Dia da análise	Teor de cloro ativo (%)
06/06	2,47 ± 0,06
15/08	2,19 ± 0,02
31/10	2,02 ± 0,02

Tabela 3: Dados das análises da degradação da água sanitária clandestina (amostra 6)

Dia da análise	Teor de cloro ativo (%)
15/08	1,81 ± 0,06
05/09	1,75 ± 0,02
31/10	1,70 ± 0,02

Onde o período inicial de cada uma das degradações corresponde aos valores expressos no gráfico 1.

Para uma melhor visualização da degradação das amostras, os resultados foram dispostos nos seguintes gráficos:

Gráfico 3: Teor de cloro ativo em função do tempo decorrido das análises da amostra comercial

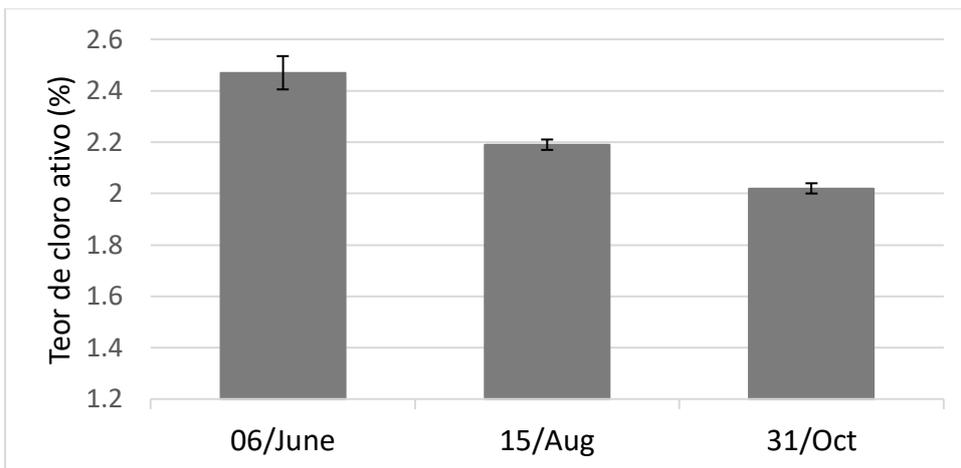
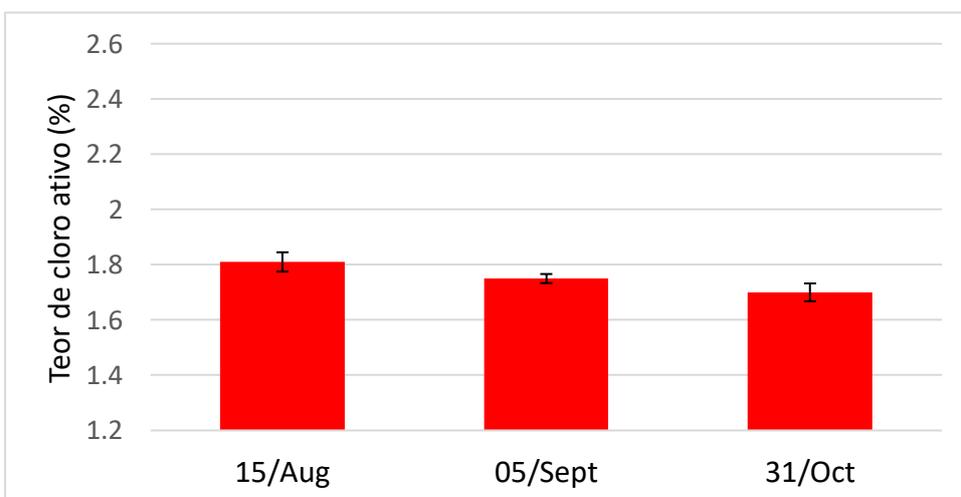


Gráfico 4: Teor de cloro ativo em função do tempo decorrido das análises da amostra clandestina



Em relação aos resultados da degradação observados, é possível observar que a amostra comercial apresentou um nível de degradação maior do que a amostra clandestina, com seu teor de cloro ativo decaindo de um ponto próximo ao máximo estabelecido pela ANVISA até o ponto mínimo. Já com relação a amostra clandestina, a degradação foi mais lenta.

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com os experimentos e as análises realizadas, é possível observar que utilizar águas sanitárias comercializadas de maneira clandestina é um risco real, pois nenhuma das amostras se encaixava nos parâmetros determinados pela ANVISA. Já com relação às amostras comerciais, verificou-se que quase todas estavam dentro dos parâmetros, e as que não estavam não se desviaram muito da faixa dos 2,0 a 2,5% do teor de cloro ativo estabelecido pela ANVISA, e portanto, apresentam um risco muito menor na sua utilização.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANDRADE, João Carlos de. Química Analítica Básica: Os instrumentos básicos de laboratório. **Chemkeys**, Campinas, nov. 2011.

BACCAN, N. et al. **Química Analítica Quantitativa Elementar**. Campinas: Edgard Blücher LTDA, 1979. 250 p.

BRASIL, Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução da diretoria colegiada-RDC nº 110, de 6 de setembro de 2016. **Diário Oficial da União de Brasília**, Brasília, 6 set. 2016. p. 2 – 4.

CORRÊA, Carlos. pH. **Revista de ciência elementar**, Porto, 2013.

GEHAKA. **Medição de pH em emulsões**. São Paulo: SP, 2006.

GOMES, Maria do Carmo Paiva et al. Analysis of the concentration of active chlorine in sodium hypochlorite solutions found on dentistry office. **Revista da Associação Paulista de Cirurgões Dentistas**, São Paulo, jan. 2010.

LIMA, Laura Dias. **Estudo da metodologia de análise de hipoclorito de sódio na indústria de saneantes**. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2018. 38 p.

LUCCA, Lourenço de. **Controle de qualidade do hipoclorito de sódio no processo de produção**. 2006. 40 f. Relatório final (Bacharelado em Química) – Departamento de Química do Centro de Ciências Físicas e Matemáticas da Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2006.

MACHADO, Cristhiany Martins Lopes et al. Analysis of active chlorine releasing and pH of sodium hypochlorite solutions used in endodontics. **South Brazilian Dentistry Journal**, Itabuna, fev. 2014.

SILVA, Pamela Alves Brito Belarmino da. **Avaliação do teor de cloro ativo em água sanitárias comercializadas no município de Ariquemes – RO**. Ariquemes: Faculdade de educação e meio ambiente, 2011. 25 p.

SILVA, Ana Carla Ferreira Carcará da et al. Determinação iodométrica de cloro ativo em alvejante comercial. In: CONGRESSO NORTE NORDESTE DE PESQUISA E INOVAÇÃO, 7., 2012, Palmas, **Anais...** Palmas: Congresso Norte Nordeste de Pesquisa e Inovação, 2016. p. 1 – 4.

SIMÕES, Eduardo Henrique. **Análises de etanol: medidas de pH e acidez total**. 2017. Dissertação (Mestrado em Química Analítica), Campinas, 2017.

SKOOG, Douglas A. et al. **Fundamentos de Química Analítica**. Thomsom, 2006. 1026 p.

TEIXEIRA, Maria Suely Braga. **Avaliação do teor de cloro ativo em diferentes marcas de água sanitária**. Fortaleza: Universidade Federal do Ceará, 2016. 36 p.

Tabela de densidade de água, Notas de estudo de Química. **Docsity**, 2010. Disponível em: <<https://www.docsity.com/pt/tabela-de-densidade-da-agua/4730616/>>. Acesso em: 20 de set. de 2022.