

Validação de metodologia analítica para a quantificação simultânea de ânions cloreto e sulfato em etanol por cromatografia iônica.

Aline Fritsch^{1,2*} (IC), Luiz Antonio Mazzini Fontoura (PQ)^{2,3}

aline.fritsch@braskem.com.br

(1) Laboratório BRASKEM UNIB-RS

(2) Curso de Química, Universidade Luterana do Brasil (ULBRA)

(3) Departamento de Engenharia de Processos (DEPROC), Fundação de Ciência e Tecnologia (CIENTEC).

Palavras Chave: etanol, cloreto, sulfato, cromatografia iônica.

Introdução

Um dos princípios da *Química Verde* é a busca de fontes renováveis de matérias-primas. Um exemplo importante é a utilização da cana-de-açúcar para a produção de EtOH. O etanol, além de ser usado como combustível, pode gerar eteno para a indústria petroquímica. Na indústria de *polietileno verde*, é importante garantir padrões de qualidade para o álcool utilizado. Entre as impurezas monitoradas, encontram-se os ânions cloreto e sulfato. Neste sentido, é importante o desenvolvimento de métodos analíticos rápidos e confiáveis para a quantificação destes íons. Neste trabalho, desenvolvemos e validamos um método para a quantificação de cloreto e sulfato em EtOH por cromatografia de íons. No processo de validação, foram avaliados, entre outros, os seguintes parâmetros: linearidade, limites de detecção e quantificação, precisão e exatidão.

Um cromatógrafo iônico modelo DX500 (DIONEX) equipado com *loop* de amostra de 100 µL, coluna analítica AS23, coluna de guarda AG23, supressora eletroquímica e detector de condutividade elétrica foi utilizado. Como fase móvel, uma solução aquosa de Na₂CO₃ e NaHCO₃ com concentração 4,5 mM e 0,8 mM, respectivamente, foi empregada. N₂ foi utilizado a pressão constante de 7 psi, para a movimentação das válvulas de injeções e para deslocar a solução eluente até a bomba.

Resultados e Discussão

Nas condições de análise, cloreto e sulfato foram eluídos com tempos de retenção de 5,1 e 14,7 min respectivamente. A curva analítica, figura 1, foi construída a partir de sete soluções com concentrações na faixa de 0,1 a 5,0 mg L⁻¹ injetadas em triplicata. Coeficientes de correlação superiores a 0,99 foram obtidos, indicando a linearidade do método na faixa de concentrações de interesse. Da curva, foram obtidos os limites de detecção (LD) e quantificação (LQ), tabela 1, a partir da relação entre o erro-padrão e o coeficiente angular¹ e foram considerados adequados, visto que a produção de eteno tolera até 1 mg kg⁻¹ de Cl⁻ e 4 mg kg⁻¹ de SO₄⁻².

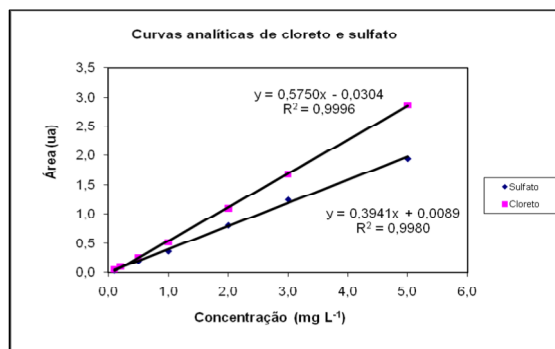


Figura 1. Curvas analíticas: cloreto (■) e sulfato (◆) em EtOH.

Para determinar a repetitividade do método, expressa como o desvio-padrão relativo (RSD), as concentrações dos ânions foram estimadas em quatro replicatas independentemente preparadas de uma mesma amostra. Para a determinação de quantidades traço, RSD de até 20 % são considerados aceitáveis.¹ A recuperação foi avaliada a partir de seis replicatas de uma amostra de EtOH com concentração de 5 mg L⁻¹ de cada ânion. Valores apropriados de recuperação para análise de resíduos variam entre 70 e 120%.¹

Tabela 1. Determinação de cloreto e sulfato em EtOH: limites de detecção (LD) e quantificação (LQ), repetitividade (RSD) e recuperação (R).

ânion	LD (mg L ⁻¹)	LQ (mg L ⁻¹)	RSD (%)	R (%)
cloreto	0,12	0,41	14,3	98,37
sulfato	0,27	0,89	6,7	89,32

Conclusões

O método desenvolvido permite a quantificação de cloreto e sulfato em EtOH em concentrações a partir de, respectivamente, 0,41 e 0,89 mg L⁻¹ a 5 mg L⁻¹ com um tempo de análise inferior a 16 min.

Agradecimentos

BRASKEM

¹Ribani, M.; Bottoli, C. B. G.; Collins, C. H.; Jardim, I. C. S. F.; Melo, L. F. C. *Quim. Nova*, 2004, 27, 771.