

## Caracterização da pureza do padrão primário de cloreto de potássio por coulometria a corrente constante e cromatografia iônica

\*Paulo P. Borges (PQ)<sup>1,2</sup>, Sidney P. Sobral (PG)<sup>1,2,4</sup>, Renata S. Silva (PQ)<sup>1,3</sup>, Raquel D. C. C. Bandeira (PG)<sup>1,5</sup>. ppborges@inmetro.gov.br

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial. Av. N. Sra. das Graças, 50, Xerém, Duque de Caxias, RJ, CEP 25250-020, +55 21 2679-9134. Dquim-Divisão de Metrologia Química. <sup>2</sup>Dquim/Label-Laboratório de Eletroquímica, <sup>3</sup>Dquim/Labin-Laboratório de Inorgânica. <sup>4</sup>Universidade Federal Fluminense-UFF, Programa de Pós-graduação em Engenharia Química. <sup>5</sup>UFRRJ -Programa Pós-graduação em Ciências de Alimentos.

Palavras Chave: coulometria, cromatografia iônica, cloreto de potássio, íon brometo, material de referência certificado.

### Introdução

A coulometria a corrente constante (CCC) é a principal técnica eletroanalítica utilizada nos institutos de metrologia para determinar a pureza de materiais de referência primários, os padrões primários, que, após certificados, passam a denominar materiais de referência certificados (MRC). O uso desses MRC se faz necessário para garantir a qualidade das medições analíticas na determinação da concentração de substâncias por titulometria [1]. Os padrões primários devem ter características como: elevada pureza, ser homogêneo e estável, de composição precisa e capaz de fornecer uma reação estequiométrica simples e completa com o titulante, sendo ainda de fácil secagem e manuseio [2,3]. O cloreto de potássio (KCl) de alta pureza é muito utilizado nas titulações argentimétricas para a padronização de soluções de nitrato de prata, e no preparo de MRC de soluções de condutividade eletrolítica. Entretanto, é comum contaminações em sais presentes em níveis traços, sendo necessária a sua quantificação. No caso do KCl, o maior contaminante é o íon brometo [4], uma vez que a CCC é não seletiva, isto é, o íon brometo no processo é considerado eletroativo, o que afeta a caracterização da pureza do sal. Para realizar uma análise com exatidão, é necessário determinar a concentração do íon brometo por outra técnica analítica, sensível e seletiva, sendo esta, a cromatografia iônica (CI). O resultado do brometo obtido por CI deverá ser subtraído do resultado da CCC para a caracterização do candidato a MRC. Este trabalho tem por objetivo apresentar os resultados obtidos com o uso das duas técnicas na caracterização do padrão primário de KCl.

### Resultados e Discussão

A Tabela 1 apresenta os resultados de pureza do sal KCl (Merck, grau analítico) caracterizado por CCC e os resultados corrigidos considerando a análise do íon brometo pela técnica de CI. A fração de massa do íon brometo no KCl analisada por CI foi

182,47 mg·kg<sup>-1</sup> com incerteza expandida de 3,03 mg·kg<sup>-1</sup>, considerando um coeficiente de abrangência de  $k=2$  e nível de confiança de aproximadamente 95% [5]. A contribuição do íon brometo, como impureza, no valor caracterizado pela CCC correspondeu a 0,017%, o que equivale a subtrair 0,00228 mol·kg<sup>-1</sup> da pureza do KCl.

Tabela 1. Caracterização da pureza KCl por CCC.

$n$	Concentração s/ correção Br <sup>-</sup> (mol·kg <sup>-1</sup> )	Concentração c/ correção Br <sup>-</sup> (mol·kg <sup>-1</sup> )	Pureza final (%)
1	13,40908	13,40679	99,9494
2	13,41118	13,40889	99,9650
3	13,41074	13,40845	99,9618
4	13,41432	13,41203	99,9884
Média	13,41133	13,40904	99,9662
Desvio padrão	0,002	0,002	0,016

$n$ , número de medições.

### Conclusões

As técnicas de coulometria a corrente constante e cromatografia iônica são importantes para determinar a pureza do padrão primário de KCl, necessária ao desenvolvimento de MRC. Neste trabalho, a determinação do íon brometo reduziu em 0,017% o valor da pureza final determinada por CCC. A impureza do sal deve, portanto, ser considerada durante o desenvolvimento de MRC de KCl, visando garantir exatidão e precisão às análises químicas, conferindo confiabilidade aos resultados.

### Agradecimentos

Ao Inmetro e à UFF pelo incentivo à pesquisa.

<sup>1</sup> Mariassy, M.; Pratt, K. W.; Spitzer, P. *Metrologia* **2009**, *46*, 199.

<sup>2</sup> Yoshimori, T. *Talanta* **1975**, *22*, 827.

<sup>3</sup> Harris, D. C. "Análise Química Quantitativa", tradução: Jairo Bordinhão *et al.*, 7ª edição, Rio de Janeiro: LCT, **2008**.

<sup>4</sup> Merck, Certificate of Analysis, 104936100, K36299636, **2007**.

<sup>5</sup> EURACHEM/CITAC **2000** in <http://www.citac.cc/QUAM2000-1.pdf>.