

ANÁLISE DO PENTACLOROFENOL E SEU SAL SÓDICO POR ESPECTROFOTOMETRIA INFRA-VERMELHA

Tomoko W. Yajima*, Maria F. Piedade*, J.R. Piedade*

RESUMO

A ocorrência de problemas ecológicos com o pentaclorofenato de sódio ou "pó da China" pôs em foco a necessidade de uma metodologia analítica adequada que permitisse simultaneamente a caracterização qualitativa e quantitativa desse defensivo.

Os métodos analíticos empregados presentemente (titulação com álcalis, colorimetria, fusão, Rauscher) não são específicos, determinando também produtos correlatos o que prejudica a exatidão dos resultados. A presente pesquisa estabelece para o pentaclorofenato de sódio e pentaclorofenol uma metodologia analítica utilizando a técnica da espectrofotometria infravermelha que satisfaz os três re-quisitos básicos da Química Analítica: exatidão, precisão e especificidade.

A absorção empregada na análise $8,3\mu\text{m}$ ou 1.205cm^{-1} corresponde a ligação fenólica Ar-OH; é utilizada também a técnica de liberação ácida para pentaclorofenato de sódio.

PALAVRAS-CHAVE - Pentaclorofenol; pentaclorofenato de sódio; análise qualitativa e quantitativa; espectrofotometria infravermelha.

SUMMARY

Analysis of pentachlorophenol and its sodium salt by infrared spectrophotometry.

Pentachlorophenol and its sodium salt known as "China dust" is mainly used for wood preservation.

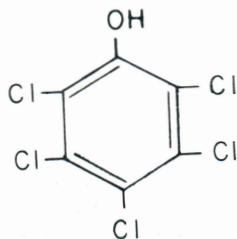
In Brazil sodium pentachlorophenolate has caused problems in the environment and this pointed the necessity of adequate analytical methodology.

There are analytical methods for sodium pentachlorophenolate and pentachlorophenol but they are not satisfactory.

We develop an infrared spectrophotometric method that has good performance for determining pentachlorophenol and its sodium salt.

KEY-WORDS: Pentachlorophenol; sodium pentachlorophenolate; qualitative and quantitative analysis; infrared spectrophotometry.

INTRODUÇÃO:- Pentaclorofenol é o nome comum e químico de um composto com a fórmula bruta $\text{C}_6\text{HCl}_5\text{O}$, peso molecular 266,3 e a seguinte fórmula estrutural (8):



Fórmula estrutural de pentaclorofenol

O pentaclorofenol também é conhecido por sua abreviação inglesa P C P e o seu sal sódico é vulgarmente chamado de "Pó da China", que ocasionou entre nós graves problemas ecológicos.

O pentaclorofenol e o seu sal sódico cujo nome químico é pentaclorofenato de sódio ou pentaclorofenóxido de sódio são usados para con-

trolar cupins e proteger a madeira de fungos e insetos; são indicados também como desfolhantes para uso antes da colheita e herbicidas de uso genérico (11).

O pentaclorofenol e seus derivados têm demonstrado ser altamente tóxicos ao homem, mamíferos e à vida aquática (9)

Segundo o Dr. Flavio Rodrigues Puga, Chefe da Seção de Toxicologia e Higiene Comparada o pentaclorofenol tem seu uso permitido entre nós pelo I B D F (Instituto Brasileiro de Desenvolvimento Florestal) para tratamento de madeira.

Recentemente a Seção de Química prestou serviços à S U C E N (Superintendência de Controle de Endemias) e a Secretaria do Estado da Agricultura do Espírito Santo, a fim de esclarecer, se grandes quantidades de defensivos não identificados eram de pentaclorofenol.

*Pesquisador Científico, Seção de Química, Instituto Biológico, São Paulo

Os interesses desses dois órgãos na identificação e dosagem do defensivo visavam evitar a contaminação do meio ambiente e destruir o defensivo desconhecido; uma maneira de destruição do pentaclorofenol é a irradiação ultravioleta de suspensões aquosas pois isto conduz a transformação do pentaclorofenol em ácido húmico (9).

A bibliografia indica métodos analíticos para pentaclorofenol baseados na espectrofotometria ultravioleta (6), titulação com álcalis (10), colorimetria (2), método de fusão (4) e pelo método de Rauscher adaptado (1).

Os métodos colorimétrico, titulação, fusão e Rauscher não são específicos e a espectrofotometria ultravioleta embora específica requer complexa purificação e muitas diluições.

Os fatos acima mencionados nos levaram então a pesquisar um método de análise para o pentaclorofenol, por espectrofotometria infravermelha.

MATERIAL E MÉTODO -

-Espectrofotômetro infravermelho 727-Perkin-Elmer;

-Células seladas de NaCl com 0,1mm de espessura;

-Seringas hipodérmicas de 5ml com agulha de 5cm;

-Pipetas volumétricas de 5ml;

-Funis de separação de 500ml;

-Erlenmeyer de 50ml com tampa esmerilhada;

-Bequeres de 50ml;

-Provetas de 50ml;

-Balões volumétricos de 500ml, com fundo chato e tampa esmerilhada;

Reagentes:

-Clorofórmio p.a.;

-ácido clorídrico concentrado;

-Sulfato de sódio anidro p.a.;

-Pentaclorofenol padrão;

-Amostras padrões de pentaclorofenato de sódio: pó seco 70%, pastilha 70% e peletizado 70%.

Procedimento: - A técnica analítica desenvolvida foi a seguinte:

Pesar num bequer de 50ml uma quantidade de amostra equivalente a cerca de 0,28g de princípio

ativo; adicionar 30ml de água destilada e agitar com auxílio de um bastão por 5 minutos. A seguir acidificar com 5ml de ácido clorídrico e transferir para um funil de separação e extrair por três vezes com clorofórmio. Recolher os extratos clorofórmicos contendo a amostra em um balão de 500ml e evaporar o solvente no ar comprimido até a secura.

Com o auxílio de uma pipeta, adicionar 5ml de clorofórmio na amostra e 1 grama de sulfato de sódio anidro e, agitar manualmente, até dissolver a amostra e injetar cerca de 2ml da solução com o auxílio de uma seringa e agulha hipodérmica na célula do espectrofotômetro.

Utilizando a técnica de compensação foi obtido dois espectros na região entre 2,5 a 25 μ m (4000 a 400 cm^{-1}).

Proceder da mesma forma com o pentaclorofenol padrão sem necessidade de efetuar a parte da acidificação e extração.

Tendo em vista a importância da caracterização qualitativa de pentaclorofenol foi obtido um espectrograma padrão pela técnica de pastilha em brometo de potássio (Fig.1) e também um espectrograma padrão dissolvido em clorofórmio (Fig.2); obtivemos também um espectrograma em brometo de potássio de pentaclorofenato de sódio técnico 70% (Fig.3).

A avaliação estatística dos resultados experimentais (Tab.2) obtidos pela técnica acima descrita foi realizada calculando-se os valores do erro relativo (Er) e do coeficiente de variação (C.V.).

RESULTADOS - Para a determinação do

cálculo utilizado foi a da linha base tendo como referência a absorção em 8,3 μ m ou 1.025 cm^{-1} .

O resultado obtido, que é pentaclorofenol, foi convertido para pentaclorofenato de sódio multiplicando pelo fator 1,0826.

Na tabela 1 apresentamos os resultados experimentais obtidos nas análises das amostras padrões utilizando-se a técnica analítica acima descrita.

A análise estatística dos resultados (Tab.2) mostra que a metodologia analítica, objeto da presente pesquisa, é bastante confiável.

A escolha da absorção em 8,3 μ m ou 1.205 cm^{-1} foi feita tendo em vista a especificidade da metodologia que para ser completa requer

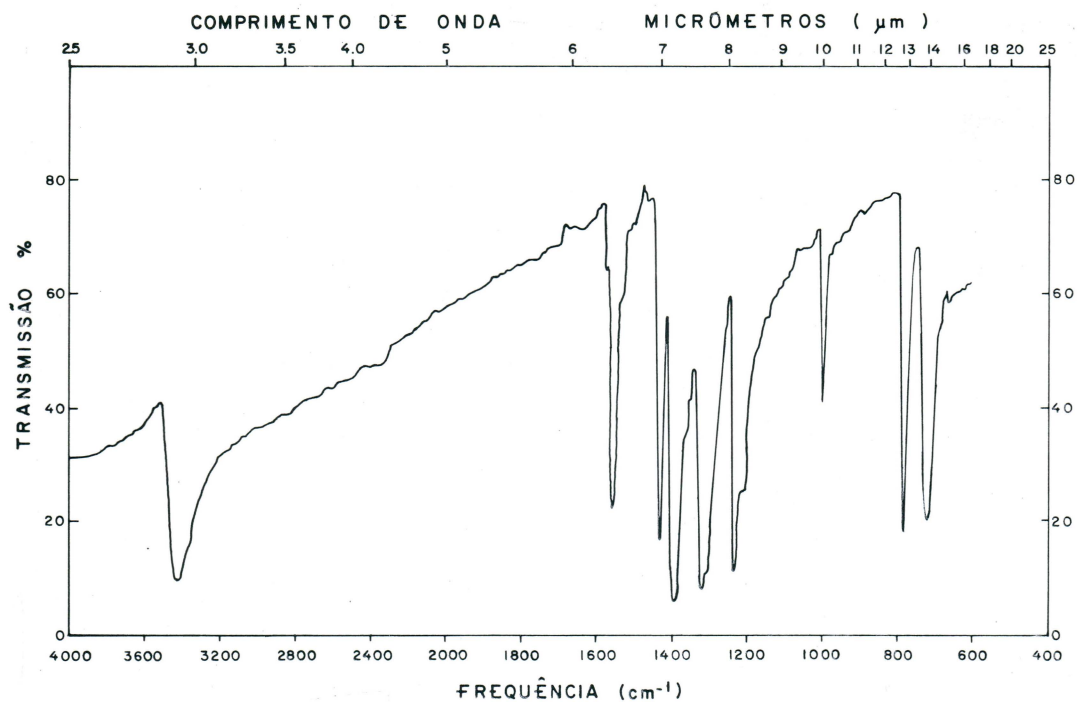


FIGURA 1 — Espectrograma infravermelho de pentaclorofenol em pastilha de KBr.

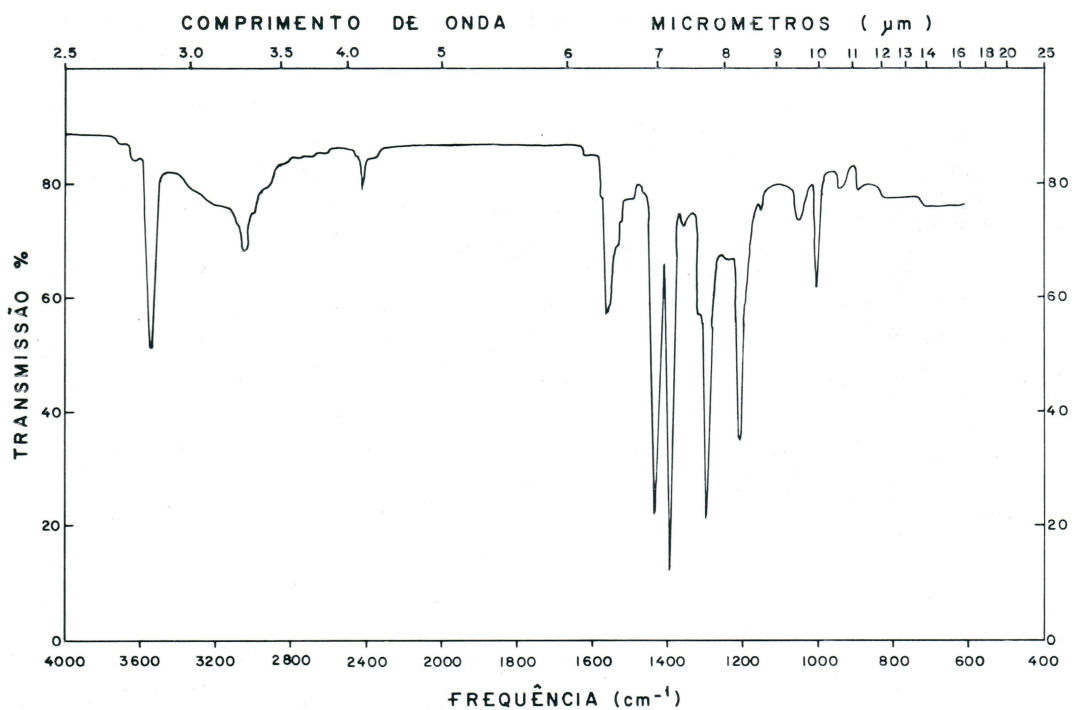


FIGURA 2 — Espectrograma infravermelho de pentaclorofenol dissolvido em clorofórmio.

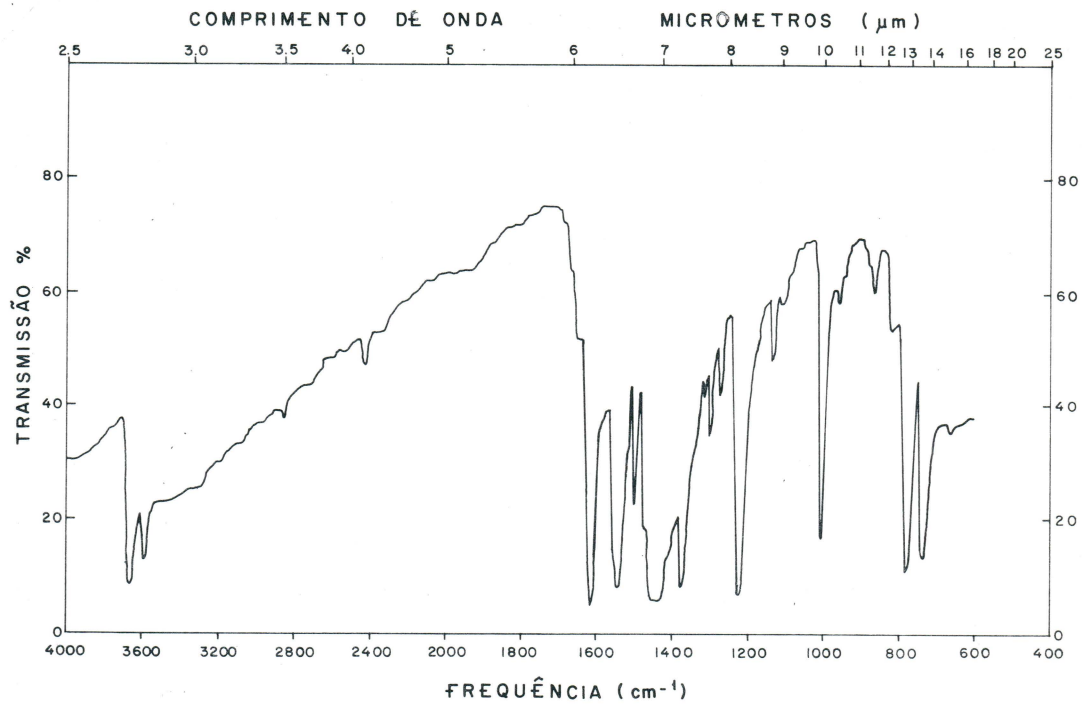


FIGURA 3 — Espectrograma infravermelho de pentaclorofenato de sódio em pastilha de KBr.

TABELA 1 — Amostras padrões de Pentaclorofenato de sódio e repetições com os respectivos índices de pureza encontrados

Pureza da amostra em %	Índice de pureza encontrado em %									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
PÓ SECO 70%	71,04	71,07	71,06	71,15	71,11	71,15	71,07	71,11	71,06	71,11
PASTILHA 70%	71,19	71,19	71,12	71,21	71,19	71,22	71,19	71,22	71,12	71,19
PELETIZADO 70%	71,16	71,17	71,18	71,11	71,16	71,21	71,22	71,08	71,16	71,21

TABELA 2 — Dados estatísticos obtidos através da análise das amostras padrões de Pentaclorofenato de sódio e com 10 repetições para cada uma delas.

Pureza da amostra em %	Er	C.V.	Tolerância
PO SECO 70%	1,69%	0,058%	Er £ 2%
PASTILHA 70%	1,56%	0,055%	C.V. £ 1%
PELETIZADO 70%	1,67%	0,062%	

a varredura total na região mais utilizada em análises por espectrofotometria infravermelha. (2,5 - 16,7 μ m ou 4000 - 660 cm^{-1}). Nas figuras 1 e 2 estão os espectrogramas padrões obtidos experimentalmente.

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO - Visando a maior especificidade possível para determinar o pentaclorofenol nas formulações, optamos para efeito dos cálculos utilizados na quantificação a absorção em 8,3 μ m ou 1.205 cm^{-1} , que corresponde a ligação fenólica (5,7).

Tendo em vista, que o pentaclorofenol é praticamente usado sob a forma de seu sal sódico, houve necessidade no processo analítico da transformação do sal sódico para a forma fenólica a fim de se obter a solubilização em clorofórmio. Isto foi conseguido através da acidificação com ácido clorídrico.

A transformação acima descrita conhecida como análise por liberação é muito utilizada em cromatografia de gás (3) não sendo entretanto uma operação trabalhosa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALMEIDA, N.F.; PIEDADE, J.R., SOUZA, A.D. *Química dos pesticidas*. São Paulo, Fundo de Pesquisas do Instituto Biológico. 1962.p.318.
2. BENCZE, K. A spectrophotometric method for determining pentachlorophenol in air. In: *The analyst* v. 88. Cambridge, 1963. p.622-6.
3. CIOLA, R. *Fundamentos da cromatografia a gás*. São Paulo, Ed.Edgard Blücher Ltda. 1985. p. 174.
4. DETERMINATION of pentachlorophenol in oil solutions by a lime fusion chloride method. In: United States Department of Agriculture. *Analytical Methods employed in the analysis of official samples*. 4. ed. USDA, Washington, 1967. p. 565.1.
5. HANNAH, R.W. & SWINEHART, J.S. Experiments in techniques of infrared spectroscopy. Perkin-Elmer, 1974. p. A 1-1, Chart 4.
6. KILGORE, W.W. & CHENG, K.W. Pentachlorophenol and its sodium salt. In: ZWEIG, G. *Analytical methods for pesticides, plant growth regulators, and food additives*. New York, Academic Press, 1967.v.5.p.314-5.
7. MELOAN, C.E. *Elementary infrared spectroscopy*. New York, Macmillan, 1963. p.164-5.
8. PESTICIDE manual. Ed. H. Martin and C.R. Worthing 7 ed. Nottingham, British Crop Protection Council, 1983. p. 424.
9. PESTICIDE manufacturing and toxic materials control encyclopedia. New Jersey, Marshall Sittig, 1980.p. 601.
10. SPECIFICATIONS and methods of analysis for certain pesticides. *Tech. Bull. Minist. Agric., Fish. Food*, London, (1): 64-5, 1958.
11. THE MERCK Index - 9ª ed. Rahway, N.J., U.S.A., Merck & Co., Inc., 1976, p. 921.