



Modificação do método ASTM D2330 para determinação de surfactantes aniônicos em água

Kelly C.B. Maia^{1,*}; Giullie R. de Paula²; Bruna S. Gottgroy²; Maria Luisa A. Gonçalves¹; Eduardo Mach¹; Rogério M. de Carvalho³; Iris Medeiros Junior³; Ana Mehl²

¹EPQB, Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro

²Escola de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro

³Centro de Pesquisas, Desenvolvimento e Inovação Leopoldo Américo Miguez (Cenpes), Petrobras

*e-mail do autor correspondente: kellymaia.quim@gmail.com

Palavras-chave: MBAS, surfactantes aniônicos, método adaptado.

Introdução

A contaminação de corpos hídricos por surfactantes aniônicos, como sulfonatos de alquilbenzeno lineares (LAS) e sulfatos de alquila, tem aumentado significativamente em decorrência do amplo emprego desses compostos em produtos de uso doméstico e industrial. Esses compostos são frequentemente encontrados em águas superficiais e sedimentos, mesmo após o tratamento de efluentes, devido a descargas contínuas, podendo resultar em exposição crônica no ambiente aquático (Wise, J e Wise, 2011). Além dos efeitos ecotoxicológicos, esses compostos podem interferir em organismos aquáticos e processos ambientais, como a penetração de luz na coluna d'água e o transporte de poluentes, reforçando a importância do desenvolvimento de métodos analíticos para seu monitoramento. O método espectrofotométrico baseado em substâncias ativas ao azul de metileno (MBAS), descrito na ASTM D2330, é amplamente empregado para a determinação de surfactantes aniônicos. Entretanto, o procedimento convencional apresenta limitações, como elevado tempo de análise, múltiplas etapas de extração líquido-líquido e filtração, além do elevado consumo de solventes orgânicos. Diante disso, este trabalho propõe uma adaptação do método ASTM D2330 com o objetivo de simplificar o procedimento experimental e torná-lo mais eficiente e sustentável, sem comprometer a qualidade analítica. A principal modificação consistiu na realização simultânea das etapas de formação do complexo e extração em um único recipiente de vidro com tampa, eliminando a necessidade de transferências sucessivas entre funis de separação. Essa estratégia permitiu reduzir aproximadamente cinco vezes o volume de clorofórmio utilizado, além de minimizar a perda de analito e reduzir o tempo total de análise.

Material e Métodos

O método modificado para análise de MBAS foi desenvolvido utilizando recipientes de vidro com capacidade de 20 mL nos quais as etapas de formação do complexo e extração foram realizadas no próprio recipiente. Essa estratégia permitiu reduzir aproximadamente cinco vezes o volume de clorofórmio empregado em relação ao método ASTM D2330 convencional. O dodecil benzeno sulfonato de sódio (DBS-A, pureza $\geq 99\%$) foi utilizado como padrão analítico para construção da curva de calibração na faixa de 0,1 a 2,3 mg L⁻¹. O preparo das amostras foi realizado em frascos de vidro de 30 mL, aos quais foram adicionados

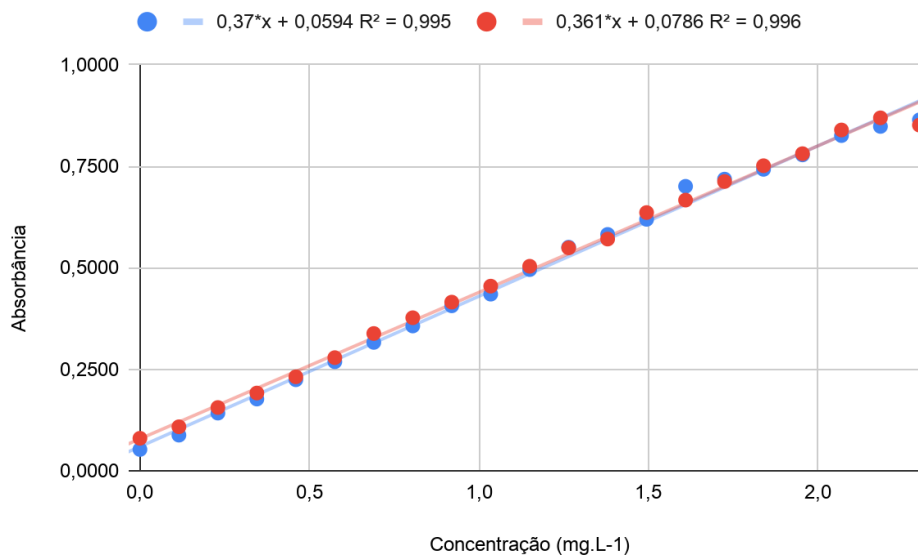


2,0 mL de amostra padrão em diferentes concentrações de DBS-A, 100 μL de indicador fenolftaleína, 200 μL de bórax, 1500 μL de azul de metileno. Em seguida, foram adicionados 8 mL de clorofórmio (CHCl_3) e agitação por 30 segundos e posterior separação de fases por 15 segundos. Para a análise espectrofotométrica, uma alíquota de 2,0 mL da fase orgânica foi transferida para cubeta de quartzo com caminho óptico de 10 mm, sendo a leitura realizada a 650 nm em espectrofotômetro Agilent Cary 60.

Resultados e Discussão

A adaptação do método ASTM D2330 foi avaliada por espectrofotometria na região do visível (650 nm), permitindo acompanhar o desempenho analítico nas novas condições propostas. A curva analítica obtida (Figura 1) apresentou coeficiente de determinação (R^2) de 0,99 na faixa de 0,1 a 2,3 $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$, evidenciando que a modificação não comprometeu a linearidade do método. A repetibilidade foi verificada por análises em duplicata a partir de soluções independentes de DBS-A (1000 ppm), apresentando boa concordância entre os resultados, o que confirma o bom desempenho analítico do método adaptado.

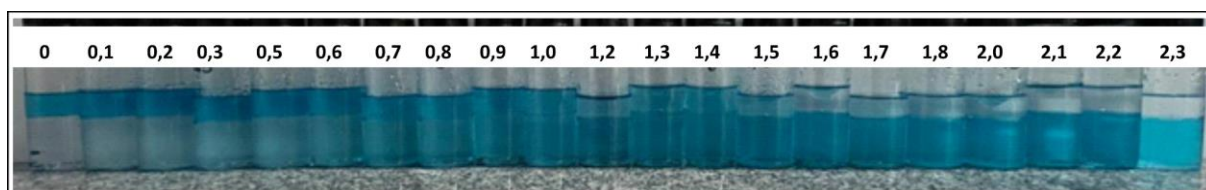
Figura 1. Curva analítica obtida para o método colorimétrico baseado no complexo MBAS monitorado por espectrofotometria em 650 nm.



A Figura 2 ilustra a variação da intensidade da coloração azul da fase orgânica após a extração, em função da concentração do surfactante. Observa-se uma variação gradual da intensidade da coloração azul da fase orgânica em função da concentração do surfactante, demonstrando que a reação colorimétrica produz um sinal visual adequado para aplicações colorimétricas. De modo geral, os resultados demonstram que a adaptação proposta preserva a sensibilidade, a linearidade e a precisão do método ASTM D2330, ao mesmo tempo em que promove redução significativa no consumo de solventes e simplificação das etapas experimentais, tornando o procedimento mais eficiente e sustentável.



Figura 2: Imagens das soluções de DBS-A após extração com azul de metileno para concentrações entre 0 e 2,3 mg L⁻¹.



Conclusões

Foi desenvolvida uma adaptação simplificada do método ASTM D2330 para a determinação de substâncias ativas ao azul de metileno (MBAS), mantendo desempenho analítico adequado na faixa de 0,1 a 2,3 mg L⁻¹ para surfactantes aniônicos. A modificação proposta resultou em redução expressiva do volume de clorofórmio, de 95 mL no método convencional para 8 mL no novo protocolo, bem como em substancial diminuição do volume de amostra, de aproximadamente 50–100 mL para apenas 2 mL. Adicionalmente, observa-se uma redução significativa no tempo de análise, uma vez que a norma ASTM, devido à sua maior complexidade operacional, pode demandar cerca de 1 hora para sua execução. Em contraste, o método adaptado simplifica o procedimento analítico ao empregar uma única etapa de extração com 8 mL de clorofórmio, seguida de agitação por 30 segundos e repouso por 15 segundos, resultando em um tempo total de análise de, no máximo, 2 minutos. A validação espectrofotométrica confirmou que o método adaptado apresenta resposta linear e reproduzível, sem prejuízo à qualidade analítica. Dessa forma, a adaptação do método ASTM D2330 constitui uma alternativa mais rápida, econômica e ambientalmente mais favorável para a determinação de MBAS em amostras aquosas.

Agradecimentos

Este trabalho recebeu apoio da Petrobras no contexto do projeto de Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação (PD&I) "Metodologias portáteis como soluções analíticas para dados ambientais em campo". (SAP grant # 4600681296).

Referências

ASTM INTERNATIONAL. *ASTM D2330-20: Standard test method for methylene blue active substances*. West Conshohocken: ASTM International, 2020. DOI: 10.1520/D2330-20.

WISE, J.; WISE, J. P. A review of the toxicity of chemical dispersants. *Reviews on Environmental Health*, v. 26, n. 4, p. 281–300, 2011. DOI: 10.1515/reveh.2011.035.