



UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS - UFAM  
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA - ICET

**Relatório Final:** Utilização de Hidróxidos Duplos Lamelares no combate  
ao mosquito transmissor da Dengue.

Bolsista: Naiany Oliveira SERRÃO

Estudante de graduação de Química Industrial

e-mail: naiany.band@gmail.com

Orientador: Prof. Dr. Gustavo Frigi PEROTTI

e-mail: gustavofrigi@gmail.com

29 de Julho de 2016

Itacoatiara - AM

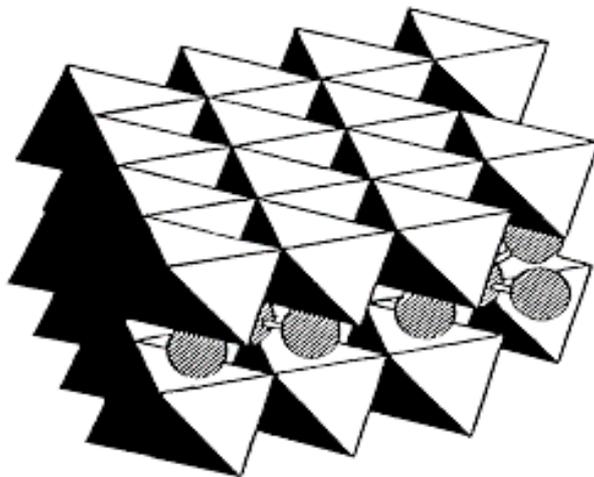
**Resumo:** Um dos grandes desafios no cenário atual enfrentado pelos países situados nas regiões tropicais é o combate de doenças transmissíveis através da picada da fêmea do mosquito *Aedes Aegypti*, responsável não somente pela transmissão da Dengue, mas também da febre Chikungunya e mais recentemente, pelos surtos de Zika vírus na América Latina. Uma estratégia para inviabilizar a maturação das larvas do mosquito ocorre através da adição de pequenas quantidades de água sanitária (solução comercial 2,5 % (m/m) de Hipoclorito de Sódio) em caixas d'água, embora o processo tenha que ser repetido semanalmente para que possa ser eficaz. Uma alternativa promissora ocorre através da liberação gradual dos íons hipoclorito após a sua intercalação em estruturas lamelares trocadoras de ânions, também conhecida como Hidróxidos Duplos Lamelares (HDLs). Através desse sistema, íons hipoclorito intercalados podem ser substituídos por outros ânions presentes na água potável, permitindo a sua migração para o meio aquoso e com isso, manter-se em níveis adequados para consumo humano e impedindo o crescimento da larva do mosquito. Para tanto, propôs-se a síntese de HDLs intercalados com íons hipoclorito e carbonato pelo método da co-precipitação e metodologias de caracterização do material formado. A determinação da concentração real da solução comercial de água sanitária revelou o de  $0,34 \text{ mol.L}^{-1}$ . A massa de HDL produzida apresentou um valor final superior à massa teórica, indicando que não apenas a fase HDL foi produzida. Na caracterização do sólido produzido, observou-se que a quantidade de hipoclorito nesse sólido foi de apenas 14,17 % do valor esperado. A dissolução da estrutura do HDL com ácido nítrico e posterior gotejamento com solução de nitrato de prata indicou a presença de íons cloreto no sólido, que também está atuando em conjunto com os íons hipoclorito como contraíons da fase inorgânica lamelar. Os resultados de titulometria não acusaram a presença de íon hipoclorito em solução mesmo com diluição de duas ordens de grandeza na concentração da solução titulante, indicando que a cinética de liberação do íon hipoclorito intercalado em solução é muito baixa, inviabilizando o uso desse sistema intercalado como larvicida.

**Palavras-Chave:** HDL, Hipoclorito, *Aedes Aegypti*, Materiais Inorgânicos Lamelares.

## 1. INTRODUÇÃO

Os Hidróxidos Duplos Lamelares fazem parte de uma classe de compostos conhecidos como materiais inorgânicos lamelares. Descoberto na Suécia por volta de 1842, o mineral hidrotalcita, um hidroxicarbonato de magnésio e alumínio, teve seu nome definido em função de uma característica particular: similarmente ao talco, um pó branco é obtido quando o sólido é triturado<sup>1</sup>. Na mesma época também foi encontrada a piroaurita, um hidroxicarbonato de magnésio e ferro, cujo nome se deve à semelhança com o ouro quando aquecido. Posteriormente, descobriu-se que a piroaurita e a hidrotalcita são isoestruturais. Manasse foi o primeiro pesquisador a propor uma fórmula para a hidrotalcita ( $[\text{Mg}_6\text{Al}_2(\text{OH})_{16}]\text{CO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) e outros minerais isomorfos, além de observar que íons carbonato são essenciais nesse tipo de estrutura<sup>1</sup>.

Esses compostos são formados pelo empilhamento de camadas de hidróxidos mistos de cátions divalentes e trivalentes contendo ânions hidratados entre as camadas que podem ser inorgânicos ou orgânicos<sup>2</sup>. As camadas inorgânicas dos HDLs podem ser empilhadas de acordo com duas simetrias diferentes, resultando em celas unitárias romboédrica ou hexagonal. A maioria dos HDL sintéticos apresenta cela unitária romboédrica e, com muito menor frequência, cela hexagonal; apenas os HDLs com proporção M(II)/M(III) igual a 1 apresentam cela unitária ortorrômbica<sup>3</sup>. Os HDLs apresentam fórmula geral  $[\text{M}_{(1-x)}^{2+}\text{M}_x^{3+}(\text{OH})_2](\text{A}^{n-})_{x/n} \cdot z\text{H}_2\text{O}$  (M = íon metálico e  $\text{A}^{n-}$  = ânion interlamelar) e uma estrutura derivada da brucita, um mineral de fórmula mínima  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , no qual os cátions magnésio estão localizados no centro de octaedros, que possuem ânions hidroxila em seus vértices. Esses octaedros compartilham suas arestas formando camadas planas e neutras, que são mantidas juntas por ligações de hidrogênio. Quando, na estrutura do tipo da brucita, cátions bivalentes são isomorficamente substituídos por cátions trivalentes, a lamela passa a apresentar uma carga residual positiva. Para que o sistema adquira a eletroneutralidade, é necessária a presença de ânions entre as lamelas, que juntamente com moléculas de água promovem o empilhamento das camadas do hidróxido duplo com um domínio interlamelar pouco ordenado. Nesse caso, as lamelas são mantidas juntas não apenas por ligações de hidrogênio, como no caso da brucita, mas pela atração eletrostática entre as lamelas positivamente carregadas e os ânions interlamelares<sup>3</sup>, como pode ser observado na Figura 1.



**Figura 1.** Estrutura da hidrotalcita ( $[Mg_6Al_2(OH)_{16}]CO_3 \cdot 4H_2O$ ).

Os HDLs podem ser sintetizados por diferentes rotas e com composições químicas variadas, determinando, assim, suas características e propriedades, além de possibilitar a produção de materiais de acordo com a finalidade desejada<sup>2</sup>. Isso não significa que a obtenção de compostos seja mais fácil, mas que diferentes métodos podem ser adotados em função do composto desejado. Dentre os métodos mais utilizados, pode-se destacar:

(a) Precipitação em pH variável: o método consiste na adição de uma solução contendo os sais de dois (ou mais) cátions (di e trivalentes) metálicos sobre uma solução contendo hidróxido e o ânion que ocupará a região interlamelar do material;

(b) Precipitação em pH constante (co-precipitação): consiste na precipitação simultânea dos hidróxidos dos cátions metálicos, numa solução contendo o ânion desejado, a um pH definido;

(c) Reação de deposição/precipitação: reação de uma suspensão aquosa do óxido do metal divalente com uma solução trivalente e o ânion desejado;

(d) Síntese hidrotérmica: neste método os cátions na forma de óxidos são suspensos em água e sobre esta suspensão é adicionada uma solução do ácido do ânion ou forma anidra do mesmo ( $CO_2$ ,  $NO_2$ ). A reação é realizada em elevada temperatura e pressão.

O método da co-precipitação é o mais utilizado entre todos estes, pois pode ser realizada em alta ou baixa saturação, as duas formas apresentam uma baixa concentração de reagentes, temperatura entre 60 a 80 °C, variação do pH entre 8 a 10, a lavagem pode ser realizada com água destilada e a secagem é feita em temperaturas abaixo de 120 °C<sup>1</sup>.

Visto isso, é possível a produção de inúmeros tipos de HDLs variando os cátions e suas proporções, além da substituição do ânion intercalado, permitindo uma grande variedade de aplicações diretamente ligadas às suas características como composição, cristalinidade e estabilidade térmica. Tais materiais têm sido muito estudados nos últimos 20 anos com base no grande potencial de aplicações nas mais diversas áreas da química. Entre as aplicações mais exploradas, podem-se citar o uso como adsorventes, trocadores iônicos, estabilizadores poliméricos, catalisadores, formação de compósitos para obtenção de matrizes de liberação controlada de fármacos, dentre outras<sup>2</sup>.

O hipoclorito de sódio (NaOCl) é empregado como desinfetante e pode ser encontrado principalmente na forma de uma solução comercial diluída conhecida como água sanitária. Os compostos alvejantes tem como função descolorir roupas e tecidos, branquear, desinfetar superfícies e roupas e é largamente empregado na assepsia de instalações e vestuário<sup>4</sup>.

As diversas soluções aquosas disponíveis de hipoclorito de sódio apresentam uma característica que deve ser considerada em qualquer das aplicações citadas anteriormente: é instável na sua forma concentrada (13 % de cloro ativo), e, por isso, perde, com o tempo, parte de sua eficácia. Essa perda pode ser inicialmente de 0,2 % a 0,3% ao dia e depois diminui<sup>4</sup>. A solução de hipoclorito de sódio possui atividade antimicrobiana pronunciada, eliminando inclusive esporos bacterianos em um curto intervalo de tempo, sendo ainda capaz de reagir com a matéria orgânica. Estes efeitos são dependentes da concentração, pH, tempo de atuação, temperatura da solução e da quantidade de matéria orgânica presente<sup>5</sup>.

Um Estudo realizado pela Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, da Universidade de São Paulo (ESAL/USP), em parceria com a Abiclor constatou que o produto é 100 % eficaz na eliminação de larvas do mosquito *Aedes Aegypti*, o transmissor da dengue<sup>4</sup>. A dengue é uma doença infecciosa aguda, descrita hoje como a principal arbovirose tropical em termos de morbidade e mortalidade. É transmitida pela picada de fêmeas infectadas de mosquitos hematófagos dos gêneros *Aedes*, principalmente pelas espécies *Aedes Aegypti* e *Aedes Albopictus*, sendo considerada a doença de transmissão vetorial com maior crescimento no mundo<sup>6</sup>.

O vírus Dengue (DENV) é o agente causador da dengue, atualmente um dos mais importantes desafios para a saúde pública mundial entre as doenças emergentes. A palavra dengue tem origem espanhola e quer dizer melindre, manha, uma referência ao estado de moleza e prostração que o indivíduo fica submetido ao ser infectado<sup>7</sup>.

As primeiras notificações de epidemias de dengue ocorreram em 1779 no Cairo (Egito) e em Jacarta (Indonésia), registradas por David Bylon e August Hirsch. No ano seguinte, na Filadélfia (EUA) foi observada uma doença denominada inicialmente febre quebra-ossos. Durante quase 200 anos a dengue foi considerada benigna e não fatal. Em 1903, Graham apontou a importância do *Aedes Aegypti* na transmissão do agente, o que foi confirmado anos depois e, em 1907, Ashburn e Craig reconheceram a etiologia viral da febre clássica da dengue<sup>6</sup>.

A incidência de dengue em todo o mundo aumentou dramaticamente nas últimas décadas. Juntamente com o aumento das áreas infestadas com o vetor, aumentou o número de regiões onde ocorre a transmissão da doença e o número de pessoas susceptíveis à picada do mosquito. A Organização Mundial de Saúde (OMS) estima que hoje, a dengue se distribui em uma larga faixa abaixo e acima do Equador, 35 ° Norte a 35 ° Sul, e aproximadamente três bilhões de pessoas vivem nas áreas de risco de contrair essa doença. Dentre os milhões de casos de dengue clássica (DC) – em torno de 100 milhões, anualmente, cerca de 500 mil evoluem para os quadros graves da Febre Hemorrágica da Dengue (FHD)/Síndrome do Choque da Dengue (SCD), sendo notificados anualmente cerca de 22 mil óbitos, principalmente em crianças<sup>8</sup>.

Na Região Norte, os municípios de Manaus (AM) e Rio Branco (AC) apresentaram os maiores números de casos notificados, com 53.668 e 16.677 casos, respectivamente. Esses dois municípios foram responsáveis por 62 % dos casos notificados na região<sup>9</sup>.

A Dengue hoje é objeto da maior campanha de saúde pública do Brasil, que se concentra no controle do *Aedes Aegypti*, único vetor reconhecido como transmissor do vírus dengue em nosso meio. O *Aedes Aegypti* é um inseto intimamente associado com os seres humanos e suas habitações. Nesse ambiente, o mosquito encontra não apenas a fonte para sua alimentação, mas também condições adequadas para completar seu desenvolvimento. No Brasil o mosquito encontra-se altamente adaptado e a área infestada está em expansão<sup>6</sup>.

## **2. OBJETIVOS**

O objetivo geral do presente projeto de pesquisa tecnológica é desenvolver materiais inorgânicos lamelares intercalados com o ânion hipoclorito para utilização em sistemas de liberação controlada/sustentada como forma de combate ao vetor do mosquito da Dengue.

Os objetivos específicos são os seguintes: **(a)** preparar HDL contendo ânion hipoclorito; **(b)** efetuar a caracterização química e estrutural do material lamelar obtido; **(c)** estudar os perfis de liberação do ânion hipoclorito do HDL para o meio líquido através de reações de troca iônica; **(d)** avaliação do uso do HDL intercalado com ânions hipoclorito.

### **3. MATERIAIS E MÉTODOS**

#### **3.1. Reagentes utilizados**

- Nitrato de Prata ( $\text{AgNO}_3$ ) (IMPEX)
- Tiosulfato de Sódio ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) (CINÉTICA)
- Iodeto de Potássio (KI) (CRQ)
- Ácido clorídrico concentrado (HCl) (NUCLEAR)
- Amido de Milho (KIMIMO)
- Água Sanitária (ECONÔMICA)
- Hidróxido de Sódio (SYNTH)
- Cloreto de Magnésio hexaidratado ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (CINETICA)
- Cloreto de Alumínio hexaidratado ( $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (SYNTH)
- Dicromato de Potássio ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ) (CINÉTICA)

#### **3.2. Materiais utilizados**

- Bureta de 25 mL
- Vidro de relógio
- Pipetas volumétricas e cilíndricas de 1 mL, 5 mL, 10 mL, 50 mL
- Bastão de vidro
- Provetas de 10 mL, 15 mL e 50 mL
- Erlenmeyers de 125 mL, 250 mL e 500 mL
- Balões de fundo chato de 10 mL, 50 mL, 100 mL e 250 mL
- Béqueres de 50 mL, 100 mL, 250 mL e 500 mL
- Pistilo e cadinho
- Pipeta de Pasteur
- Suporte universal, garras e mufas
- Dessecador
- Sílica gel

- Termômetro
- Manta de aquecimento - COTHERM HOT PLATE 180
- Agitador magnético - FISATOM MOD. 751
- Estufa microprocessadas para secagem - SPLABOR SP-400
- Medidor de PH/MV/ISE/°C HANNA INSTRUMENTS HI98185
- Balança semi-analitica - SHIMADZU AUY220

### **3.3. Métodos**

#### **3.3.1. Determinação de Hipoclorito em Água Sanitária**

##### **3.3.1.1. Padronização da Solução de Tiosulfato**

Foi pesado 0,16 g de dicromato de potássio seco previamente na estufa por 3 horas. Essa amostra foi dissolvida em 50 mL de água e depois adicionado 2 g de KI e 8 mL de HCl em um Erlenmeyer de 250 mL, o que fez a solução adquirir uma cor castanha. Essa solução foi colocada em agitação constante enquanto na bureta de 25 mL foi adicionada a solução de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ . Então a titulação teve início depois que se adicionou 2 mL de amido na solução e só foi interrompida quando a solução passou do azul escuro para o branco. Esse procedimento foi feito em triplicata.

##### **3.3.1.2. Solução indicadora de Amido**

Foi pesado 0,5 g de amido em um béquer de 100 mL e adicionou-se 50 mL de água destilada. Essa mistura foi aquecida com uma chapa de aquecimento e continuamente agitada com um bastão de vidro até formar uma solução homogênea.

##### **3.3.1.3. Solução de Iodeto de Potássio**

Foi pesado 0,768 g de iodeto de potássio em um béquer de 50 mL. Então se adicionou 10 mL de água destilada para que o iodeto se ficasse em solução, assim se transferiu essa mistura para um balão volumétrico de 50 mL e avolumou-se.

##### **3.3.1.4. Solução de ácido clorídrico**

Em um balão volumétrico de 100 mL foram adicionados inicialmente 50 mL de água destilada e posteriormente foi adicionado 1,62 mL de HCl. Por último, o menisco do balão foi acertado utilizando mais água destilada.

### **3.3.1.5. Determinação da concentração de hipoclorito na água sanitária**

Inicialmente foram pipetados 25 mL da solução comercial de água sanitária e o volume foi transferido para um balão volumétrico de 250 mL, com posterior adição de água destilada até acertar o volume. Desse balão foram retirados 25 mL e o volume foi transferido para um Erlenmeyer de 250 mL.

Posteriormente adicionou-se ao Erlenmeyer 15 mL de água destilada e 20 mL de solução de KI, além de 20 mL de solução de HCl 0,2 M. Após a adição da solução ácida iniciou-se a titulação e posteriormente ao início houve a adição de 2 mL da solução de Amido 1%. A titulação procedeu até o ponto de viragem, na transição do azul escuro para branco. Esse procedimento foi feito em triplicata.

### **3.3.2. Preparo de HDL intercalado com íon hipoclorito**

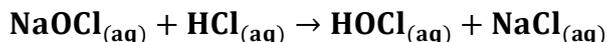
O HDL foi produzido pelo método de co-precipitação, utilizando 225 mL de uma solução contendo cloreto de alumínio e cloreto de magnésio na proporção  $2\text{Mg}^{2+} : 1\text{Al}^{3+}$  (6,5056 g de  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  e 3,64665 g de  $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dissolvidos em água destilada. Essa solução foi então adicionada gota a gota em um béquer de 1000 mL contendo solução diluída de água sanitária (67 mL de água sanitária comercial em 300 mL de água destilada) mantida sob agitação constante com auxílio de uma barra magnética. Para a preparação desse HDL, a proporção empregada de intercalante para os íons alumínio foi de  $1\text{Al}^{3+} : 1,5\text{ClO}^-$ . Inicialmente, O pH da solução intercalante foi ajustado para 9 e durante o procedimento de adição dos íons metálicos, foi mantido entre 9 e 10 durante a adição da solução salina com auxílio de uma solução  $0,2\text{ mol.L}^{-1}$  de hidróxido de sódio para o controle do meio reacional. Assim que toda a solução de metais foi adicionada, a agitação foi cessada, ocasionando na deposição das partículas em suspensão no fundo do béquer. Após um intervalo de tempo, a água contida na superfície foi retirada com o auxílio de uma pipeta e mais água destilada foi adicionada em seguida, para que assim os íons remanescentes da reação de produção do HDL (principalmente o cátion sódio e o ânion cloreto) pudessem ser separados da fase sólida. Esse procedimento foi repetido até que a água retirada não se tornasse turva na presença de uma solução diluída de  $\text{AgNO}_3$ . O material úmido foi colocado em um dessecador contendo de sílica gel ativada previamente a  $110\text{ }^\circ\text{C}$  por 2h, por um período de uma semana.

### 3.3.3. Preparo de pastilha com o HDL de hipoclorito produzido

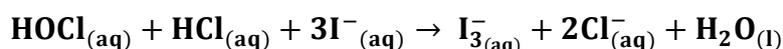
Primeiramente foi pesado 0,200 g do HDL produzido previamente seco e pulverizado, utilizando uma balança semi-analítica. Essa massa foi compactada com o auxílio de um pastilhador mecânico, resultando na formação de pastilhas com 1 cm de diâmetro. A pastilha produzida foi então colocada em um béquer de 500 mL contendo 200 mL de água mineral. Entre os intervalos de 1h, 3h e 5h, retirou-se uma alíquota para a realização de uma titulação para determinar a quantidade de hipoclorito liberada para o meio aquoso.

## 4. RESULTADO E DISCUSSÃO

Na determinação do hipoclorito em solução de água sanitária ocorreram diferentes mudanças de cores atribuídas à formação de diferentes intermediários à medida que os reagentes hipoclorito de sódio, ácido clorídrico e amido se combinavam até resultar na formação do complexo amido-triiodeto<sup>10</sup>. Assim, inicialmente tem-se a reação entre o hipoclorito de sódio e o ácido clorídrico para a formação de ácido hipocloroso.



Esse ácido formado, juntamente com ácido clorídrico em solução é capaz de oxidar os íons iodeto inicialmente presente a íons triiodeto ( $\text{I}_3^-$ ), que tornam a solução final castanha, segundo a seguinte reação<sup>10</sup>:

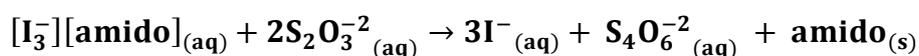


Os íons triiodeto formados reagem com as cadeias de amido em suspensão para a formação de um complexo amido-triiodeto, alterando a coloração da solução para azul escuro. A reação pode ser simplificada como:

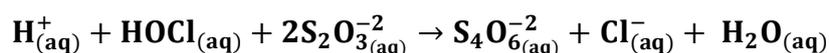


Assim, esse produto é titulado pela solução padronizada de tiosulfato de sódio, resultando na redução dos íons triiodeto para gerar novamente íons iodeto, além do íon

ditionato e Amido, que faz com que a solução se torne incolor, indicando o fim da titulação. A reação pode ser equacionada da seguinte forma<sup>10</sup>:



O volume de tiosulfato de sódio consumido durante a reação foi anotado e essa titulação foi feita mais duas vezes, para que se pudesse ter uma média do volume do tiosulfato de sódio utilizado na reação, valor esse encontrado de 8,563 mL. Como a concentração da solução de tiosulfato já era conhecida através da sua padronização (0,202 mol.L<sup>-1</sup>) e sabendo-se dos valores anteriormente descritos, foi possível encontrar a quantidade média de íons tiosulfato usada em cada titulação, cujo valor aproximado foi 1,713 x 10<sup>-3</sup> mol. Levando em conta a estequiometria da reação a seguir, foi possível encontrar a quantidade inicial de ácido hipocloroso presente na titulação:



Na reação, a proporção identificada entre o ácido hipocloroso e os íons tiosulfato é de 1:2. Logo, a quantidade molar média do ácido inicialmente presente em cada titulação é de 8,565 x 10<sup>-4</sup> mol. Levando em conta que houve uma diluição prévia de 10 vezes da solução comercial de água sanitária (25 mL foram diluídos em um balão de 250 mL), é possível afirmar que em 25 mL de água sanitária existem 8,563 x 10<sup>-3</sup> mol de íons hipoclorito. Portanto, a concentração encontrada no alvejante foi de 0,343 mol.L<sup>-1</sup>.

No procedimento para preparação de HDL com íon hipoclorito, há uma semelhança com o procedimento para a preparação de HDL com íon carbonato descrita no relatório anterior. A mudança acontece no modo como esses HDLs são formados, enquanto que na formação do HDL de carbonato há a formação de um sólido branco e de fácil decantação, na formação do HDL de hipoclorito, há a formação de um sólido, nos primeiros momentos de sua formação, azulado, mas que depois adquire a cor branca. No entanto, é de difícil decantação, demorando até mais de duas horas para formar duas fases para que a água pudesse ser retirada, mostrando assim que esse HDL tem um tamanho de particular menor, formando uma dispersão coloidal mais estável.

Os reagentes pesados para a produção do HDL-ClO<sup>-</sup> tiveram suas massas encontradas a partir dos cálculos teóricos para a formação de 4,0 g desse material inorgânico e ainda levando em consideração a adição de um excesso de 50 % na quantidade inicial de íons hipoclorito frente aos íons Al<sup>3+</sup> da lamela. Entretanto, a massa de material obtido após secagem foi superior à massa teórica, com valor final de 5,2746 g. Essa massa registrada foi muito maior do que a esperada. Uma das hipóteses é a estrutura de HDL não foi formada durante a síntese em virtude da presença do ânion hipoclorito, haja visto que o comportamento em suspensão das partículas criadas são muito diferentes do HDL intercalado com íons carbonato. Ao invés disso, pode ter ocorrido a criação de outras fases sólidas além do HDL que apresentam mais massa do que a fase lamelar, produzindo uma massa sólida maior que a esperada.

Assim, dessa massa obtida, foram retirados 0,200 g para serem utilizados na preparação da pastilha. Essa massa após ser compactada foi colocada em um béquer contendo 200 mL de água mineral. No instante em que a pastilha entrou em contato com a água, a mesma se desfez a sua forma compactada, se apresentando na forma de um sólido pulverizado fundo do béquer. Essa solução foi deixada em descanso por uma hora, quando só então se retirou uma alíquota para prosseguir com a etapa de titulação para determinar a quantidade de íons hipoclorito em solução.

A titulação depois de uma hora não chegou até o ponto de viragem com as mesmas condições empregadas para determinação do íon ClO<sup>-</sup> na água sanitária. Então se esperou mais uma hora para que outra titulação fosse realizada. Da mesma forma, e mesmo após 24h, a titulação não chegou até o ponto de viragem. Para investigar melhor esses resultados, propôs-se a solubilização de uma massa de 0,100 g de HDL-ClO<sup>-</sup> preparada através da dissolução com ácido clorídrico para se conseguir encontrar vestígios da presença de íons hipoclorito nessa estrutura. As soluções de iodeto de potássio e ácido clorídrico foram diluídas 10 vezes, enquanto a solução titulante de tiosulfato foi diluída 112 vezes, fazendo com que o ponto de viragem finalmente pudesse ser visto. Sob essas condições, encontrou-se uma quantidade de íons ClO<sup>-</sup> de  $2,75 \times 10^{-3}$  g nessa massa de HDL-ClO<sup>-</sup>. Entretanto, essa massa de hipoclorito encontrada é insuficiente para contrabalancear todas as cargas da lamela de acordo com a fórmula teórica da fase lamelar, cuja massa presente de íons ClO<sup>-</sup> em 0,100 g de HDL-ClO<sup>-</sup> deveria ser de  $1,94 \times 10^{-2}$  g (foi encontrado apenas 14,17 % da quantidade esperada de hipoclorito), de modo que algum outro contraíon deve estar presente se a estrutura do HDL foi realmente produzida. Para tanto, foi realizado um novo teste

utilizando uma pequena quantidade de HDL-ClO<sup>-</sup> que foi dissolvido em ácido nítrico. Posteriormente, a amostra dissolvida foi colocada em contato com uma solução de nitrato de prata. Após a adição, notou-se a turbidez da solução contida no recipiente, mostrando que sob essas condições de formação do HDL, o ânion hipoclorito não é a única espécie intercalada, mas que também há a existência de ânions cloreto na estrutura sintetizada (a formação de um precipitado após a adição da solução de AgNO<sub>3</sub> se deve a formação de uma espécie insolúvel, o AgCl).

No entanto, mesmo utilizando as condições novas de concentração dos reagentes para determinar a quantidade de hipoclorito liberado pelo HDL-ClO<sup>-</sup> em água mineral, não foi possível de se observar o ponto de viragem mesmo após 24 h de contato entre a pastilha e o meio aquoso. Esse resultado indica que a cinética de troca iônica entre o ânion hipoclorito e os ânions presentes na água mineral é muito lenta, de forma que não se pôde estimar dentro dos parâmetros experimentais empregados seu uso como agente larvívica.

## **5. CONCLUSÕES FINAIS**

O valor encontrado foi usado como referência para formulação do procedimento experimental do HDL a ser intercalado com íons hipoclorito, utilizado uma razão molar 1Al<sup>3+</sup>: 1,5 ClO<sup>-</sup>. Onde se obteve a massa pesada de 5,2146 g, 30,4 % a mais do que o valor estabelecido no cálculo experimental, indicando a possível formação de estruturas inorgânicas que não sejam apenas a do HDL.

Contudo, após dissolução da amostra em ácido, observou-se a presença de íons cloreto na estrutura, indicando a co-intercalação de íons hipoclorito e cloreto. Entretanto, por ter sido detectada uma concentração muito baixa de hipoclorito intercalado na lamela de HDL, o ponto de viragem na titulação não pôde ser verificado nos ensaios de liberação. Dessa forma, pode-se inferir que a síntese desse material, sob essas condições, não produz uma estrutura de fácil liberação de ânions hipoclorito para o meio aquoso, inviabilizando o seu uso em sistemas de troca iônica.

## **6. AGRADECIMENTOS**

A bolsista Naiany Oliveira Serrão agradece ao Fundo de Amparo à Pesquisa do Estado do Amazonas (FAPEAM) pela bolsa do Programa de Apoio à Iniciação Científica (PAIC).

## 7. REFERÊNCIAS

- [1] BARBOSA, C. A. *Preparação e Caracterização de Hidróxidos Duplos Lamelares Intercalados com Espécies Macrocíclicas Metaladas*. Dissertação de Mestrado, Instituto de Química/Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.
- [2] VIERA, A. D. *Síntese, Caracterização e Aplicação de Hidróxidos Duplos Lamelares*. Dissertação de Mestrado em Engenharia Ambiental, Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto – MG, 2009.
- [3] CUNHA, V. R. R.; FERREIRA, A. M. C.; CONSTANTINO, V. R. L. 2010. Hidróxidos Duplos Lamelares: Nanopartículas Inorgânicas para Armazenamento e Liberação de Espécies de Interesse Biológico e Terapêutico. *Química Nova*. 33: 159-171.
- [4] <http://www.abiclor.com.br>, acessado em Julho de 2016.
- [5] RIBEIRO, E. C. *Estabilidade Química das Soluções de Hipoclorito de Sódio*. Dissertação de Mestrado, Universidade de São Paulo, São Paulo. 2009.
- [6] MELO, K. M. S. *Desenvolvimento e validação de insumos para diagnóstico de infecções pelo vírus da dengue*. Dissertação de Mestrado em Saúde Pública, Departamento de Saúde Coletiva, Centro de Pesquisas Ageu Magalhães/Fundação Oswaldo Cruz. Recife-PE. 2012.
- [7] [http://portal.saude.gov.br/portal/saude/visualizar\\_texto.cfm?idtxt=22207](http://portal.saude.gov.br/portal/saude/visualizar_texto.cfm?idtxt=22207), acessado em Julho de 2016.
- [8] <http://www.who.int/denguecontrol/mosquito/en/index.html>, acessado em Julho de 2016.
- [9] [http://portal.saude.gov.br/portal/arquivos/pdf/informe\\_dengue\\_2011\\_37\\_39.pdf](http://portal.saude.gov.br/portal/arquivos/pdf/informe_dengue_2011_37_39.pdf), acessado em Julho de 2016.
- [10] Department of Physical Sciences Kingsborough Community College The City University of New York. The Determination of Hypochlorite in the Bleach. *Reading assignment: Chang, Chemistry 10<sup>th</sup> edition*: 156-159. 2010.

## 8. ANEXOS

### 8.1. Cronograma de Atividades

Nº	Descrição	Nov 2015	Dez	Jan 2016	Fev	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul
1	Determinação da concentração de hipoclorito presente na água sanitária	X								
2	Realização de cálculos para procedimento experimental de produção do HDL-ClO <sup>-</sup>		X							
3	Relatório parcial			X						
4	Revisão bibliográfica de metodologias de titulação de íons Mg <sup>2+</sup>				X	X	X			
5	Preparação do HDL-ClO <sup>-</sup>					X	X			
6	Caracterização química e estrutural dos sólidos produzidos							X		
7	Determinação de quantidade de ClO <sup>-</sup> contido na lamela do HDL produzido								X	
8	Preparo das pastilhas de HDL-ClO <sup>-</sup> e realização de testes em meio aquoso								X	
9	Elaboração do relatório final									X