

# Pré-concentração/Especiação Redox de Crômio Utilizando Método Sequencial de Extração em Fase Sólida Dispersiva Magnética e Ponto Nuvem

**Kristiany Moreira Diniz<sup>1</sup> (PG), César Ricardo Teixeira Tarley<sup>1,2</sup> (PQ)\***

<sup>1</sup> Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química, Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR.

<sup>2</sup> Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP.

\* tarley@uel.br

Palavras Chave: DMSPE, CPE, Crômio, especiação, partículas magnéticas

## Introdução

Dados da literatura reportam que a especiação redox de Cr(VI) e Cr(III) usualmente é feita por meio da determinação seletiva de uma única espécie, ao passo que, a outra, é determinada pela diferença de crômio total. Para determinação de crômio total etapas de oxidação ou redução são requeridas o que podem gerar erros, e tornar o processo lento. Com isso, a associação de dois métodos seletivos de extração viabiliza a determinação da concentração individual de cada espécie<sup>1</sup>. Desta forma, neste trabalho foi realizada a síntese de uma fase sólida magnética mesoporosa funcionalizado com 2-aminoetil-3-aminobutilmetildimetoxissilano (AAMDMS) capaz de extrair seletivamente a espécie de Cr(VI). A espécie trivalente Cr(III), por sua vez, é pré-concentrada seletivamente como complexo metálico com 4-(2-tiazolilazo)-resorcinol (TAR) por extração por ponto nuvem (CPE). A determinação das espécies de crômio foi realizada por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

## Resultados e Discussão

As nanopartículas de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> foram obtidas pelo método de precipitação a partir de sais de Fe<sup>2+</sup> e Fe<sup>3+</sup> na presença de NaOH em atmosfera de N<sub>2</sub> à 80°C. O recobrimento com sílica mesoporosa das partículas magnéticas foi realizado pelo processo sol gel com NH<sub>4</sub>OH, o agente direcionador de poros Brometo de cetiltrimetilamônio e o precursor Tetraetoxissilano. A funcionalização com AAMDMS foi realizado em refluxo por 12h a 110 °C. Os materiais obtidos em diferentes etapas da síntese foram caracterizados por FTIR, DRX, TEM e BET. A formação do Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> foi comprovada por meio da presença do estiramento Fe-O-Fe em 580 cm<sup>-1</sup> e o recobrimento com sílica mesoporosa com a presença de uma banda em 1080 cm<sup>-1</sup> indicando a ligação de Si-O-Si. Em 964 cm<sup>-1</sup> observou-se o sinal referente à ligação Si-OH<sup>2</sup>. Com o difratograma de raio-X foi possível observar a presença da estrutura cristalina do Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, o qual se manteve estável em todas etapas de modificação. Partículas com tamanho de 20 a 100 nm foram observadas por

TEM e com as isotermas de BET o material final se mostrou mesoporoso e com grande área superficial (119,8m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>). Observou-se que em pH 5,0 foi possível realizar a especiação de Cr(III) e Cr(VI) associando sequencialmente os dois métodos de extração. O sistema de extração de Cr(VI) pelas partículas magnéticas foi baseado na pré-concentração em 25 mg do adsorvente por 1 min auxiliada por vortex e a eluição em 5 min com 500µL de HCl 2,5 mol L<sup>-1</sup>. A espécie Cr(III) no sobrenadante foi submetida a extração por ponto nuvem. A concentração do surfactante Triton x-114 e do ligante TAR foram avaliadas por meio de uma matriz de Doehlert, e os valores ótimos foram de 0,3% e de 5,84x10<sup>-4</sup> mol L<sup>-1</sup>, respectivamente. Foram obtidos limites de detecção de 1,08 µg L<sup>-1</sup> para o Cr(VI) e 3,16 µg L<sup>-1</sup> para o Cr(III). O estudo com íons interferentes em diferentes concentrações não apresentou interferência no sinal analítico de nenhuma das espécies de cromo. O método foi aplicado em amostras de água rendendo resultados de recuperação satisfatórios. A precisão foi de 5,85 e 3,74% para concentrações de 15,0 e 165,0 µg L<sup>-1</sup> para Cr(III) e 5,55 e 3,04% para 15,0 e 75,0 µg L<sup>-1</sup> para Cr(VI), respectivamente.

## Conclusões

A associação sequencial de extração em fase sólida dispersiva magnética e ponto nuvem se mostrou uma ferramenta analítica interessante visando o desenvolvimento de métodos de pré-concentração/especiação redox. Em um único valor de pH foi possível extrair seletivamente as duas espécies de crômio empregando os métodos associados, apresentando baixos limites de detecção, satisfatória precisão e ausência de efeito de matriz em amostras de água de diferentes origens (água mineral, água potável e água de lago).

## Agradecimentos

FAEPE-UEL, CAPES, CNPq, Fundação Araucária e INCT-Bioanalítica.

<sup>1</sup> Tarley, C. R. T., et al. *Talanta*. **2012**, 100, 71-79.

<sup>2</sup> Yuan, Q. et al. *J. Hazard. Mater.* **2013**, 254– 255, 157– 165.