

Determinação de vanádio em frutos do mar empregando microextração dispersiva líquido-líquido e sensores ópticos

Analu Pires Santos¹ (PG), Valfredo Azevedo Lemos¹ (PQ)*, Maria das Graças A. Korn² (PQ).

1. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Campus de Jequié, 450206-190, Jequié, Bahia. 2. Universidade Federal da Bahia, Campus Universitário de Ondina, Rua Barão de Geremoabo, Salvador-BA. E-mail aps_analu@yahoo.com.br

Palavras Chave: microextração dispersiva líquido-líquido, sensor óptico, vanádio, espectrofotometria.

Introdução

O vanádio está presente a concentrações muito baixas em diversas matrizes, tais como plantas, solos, água, alimentos, etc. [1,2]. O V(V) não é biodegradável e pode ser encontrado em determinados organismos a níveis tóxicos [1]. Assim, devido ao caráter dual do essencial e toxicidade do vanádio, é muito importante o desenvolvimento de métodos seletivos e sensíveis para a determinação do elemento. Diferentes técnicas têm sido empregadas na quantificação de espécies de vanádio em várias matrizes, incluindo espectrofotometria. No entanto, a determinação em algumas matrizes requer o emprego de procedimentos de separação e pré-concentração, para suprir as deficiências de seletividade ou sensibilidade de algumas técnicas de detecção. Neste trabalho, é proposto um procedimento empregando a DLLME e sensores ópticos. A DLLME e os sensores ópticos foram empregados na pré-concentração de vanádio utilizando como agente complexante o 4-(5-bromo-2-piridilazo)-5-(dietilamino)-fenol (Br-PADAP). O procedimento baseia-se na extração de complexos do cátion V(V) com o reagente Br-PADAP por gotículas de solvente, depositadas posteriormente sobre o filme óptico para posterior detecção espectrofotométrica.

Resultados e Discussão

A pré-concentração é baseada na extração dos íons vanádio (V) em tricloroetileno, na forma de complexo com o reagente Br-PADAP, utilizando etanol como solvente dispersor. Após a injeção dos solventes em uma solução contendo vanádio, uma mistura homogênea é obtida. A mistura é centrifugada de forma que a fase rica é depositada em uma membrana de triacetilcelulose. Então, o líquido sobrenadante é descartado, e a membrana é posicionada na direção do feixe de radiação de um espectrofotômetro, evitando o uso de microcubeta. Sob as condições otimizadas, o limite de detecção obtido foi de $0,57 \mu\text{g L}^{-1}$ e o um limite de quantificação foi $1,91 \mu\text{g L}^{-1}$. A precisão do método foi verificada através da análise do material de referência certificado BCR®-414, Plâncton. O procedimento foi aplicado à determinação de vanádio em amostras de mariscos (camarão e ostra). A Figura 1 mostra o espectro de absorção do reagente e do complexo formado utilizando o

sistema de pré-concentração proposto, para várias quantidades de vanádio.

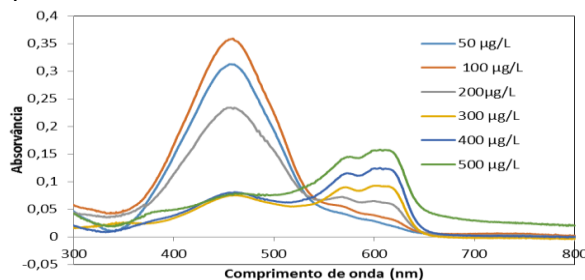


Figura 1. Espectro de absorção do complexo V(V)-Br_PADAP.

A influência de algumas variáveis na pré-concentração de vanádio por DLLME foi estudada de forma univariada. Nestes experimentos, uma solução de vanádio de $50,0 \mu\text{g L}^{-1}$ foi utilizada. A Tabela 1 mostra o resumo das condições otimizadas.

Tabela 1. Resumo das condições otimizadas.

Fatores	Condições para o V (V)
pH	2,0
Tipo de solvente dispersor	Etanol
Tipo de solvente extrator	Tricloroetileno
Concentração do Br-PADAP	$5,0 \times 10^{-2}\%$
Volume do solvente dispersor	2,0 mL
Volume do solvente extrator	60 μL
Tempo de centrifugação	4,0 min

Conclusões

Um procedimento simples, rápido, utilizando pouco volume de amostra e solventes, baixo limite de detecção, além do uso de um novo sistema sensor óptico de baixo custo e de fácil obtenção, que não requer o uso de cubetas para detecção no espectrofotômetro, mostrou-se satisfatório para determinação de vanádio em amostras de mariscos (camarão e ostra).

Agradecimentos

CNPq e FAPESB

¹ Pyrznska, K., Review Recent Developments in spectrophotometric methods for determination of vanadium, *Microchimica Acta* v. 149, p. 159-164, 2005.

² Costa, A. C. S., Teixeira, L. S. G., Jaeger, H. V., Ferreira, S. L. C., Spectrophotometric determination of vanadium (IV) in the presence of vanadium (V) using Br-PADAP, *Mikrochimica Acta*, v. 130, p. 41-45, 1998.