

Sistema de pré-concentração em linha para determinação de ultratraços de cádmio em amostras vegetais utilizando TS- FF- AAS

Fábio Alan Carqueija Amorim¹ (PG), Marcos de Almeida Bezerra^{1,2} (PQ)* <mbezerra@uesb.br>

¹ Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Grupo de Pesquisa em Química Analítica, Salvador – Bahia.

² Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Departamento de Química e Exatas, Laboratório de Química Analítica, Campus Universitário de Jequié – Bahia.

Palavras Chave: TS-FF-AAS, Cádmio, Amostras vegetais.

Introdução

A espectrometria de Absorção Atômica em Chama é uma das técnicas analíticas mais usadas na determinação de metais. Uma recente alternativa para aumentar a sensibilidade em FAAS é o acoplamento da geração de vapor térmico dentro de um forno sobre a chama do espectrômetro de absorção atômica (TS-FF-AAS). Esta técnica é capaz de diminuir consideravelmente o limite de detecção de espécies metálicas voláteis. Mais recentemente, o acoplamento de procedimentos de pré-concentração vem incrementando ainda mais esta técnica, resultando em limites de detecção extremamente baixos. Neste trabalho, um sistema em linha para pré-concentração e determinação de Cd usando TS-FF-AAS é proposto.

Resultados e Discussão

O sistema de pré-concentração possui duas bombas peristálticas (B1 e B2), tubos para transporte das soluções e uma mini-coluna (C) empacotada com a resina Amberlite XAD-2 impregnada com o reagente TAM [2-(2-tiazolilazo)-5-dimetilaminofenol)]. Este sistema é acoplado ao TS-FF-AAS, como ilustra a Figura 1.

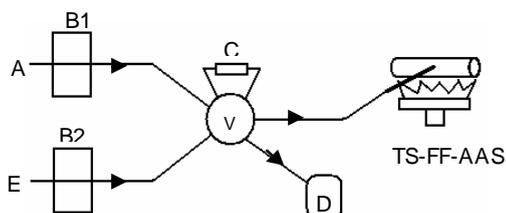


Figura 1. Diagrama esquemático do sistema em fluxo para pré-concentração e determinação de cádmio.

As variáveis químicas e de fluxo envolvidas no sistema foram otimizadas de forma univariada. Uma solução amostra (A) contendo entre 0,025 e 5 µg L⁻¹ de Cd foi tamponada a pH 8,0 e impulsionada com fluxo de 5,0 mL min⁻¹ passando pela coluna para que o analito fosse retido na forma do complexo Cd(II)-

TAM. Uma solução de HCl 1,0 mol L⁻¹ (E) a um fluxo de 2,0 mL min⁻¹ foi utilizada para re-extração do metal e determinação por TF-FF-AAS. O ciclo de pré-concentração/determinação dura 1 minuto.

Utilizando as condições otimizadas, o sistema de fluxo foi capaz de processar 60 amostras por hora, apresentando faixa dinâmica entre 0,025 a 5,0 µg L⁻¹, limite de detecção de 8 ng L⁻¹ e precisão (RSD%) menor que 6,1 (0,5 µg L⁻¹).

Para a eficiência de concentração, foi encontrado um valor de 24 min⁻¹ e um índice de consumo de 0,10mL.

A exatidão do método foi avaliada pela determinação de Cd em três amostras vegetais certificadas, sendo estas de folhas de maçã (NIST, 1515), folhas de pomar (NBS 1517) e farinha de arroz (NIES 10b). Uma amostra de folhas de couve foi também analisada. Os resultados são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Resultados obtidos para determinação de cádmio (µg g⁻¹) em material de referência certificado e na amostras de couve analisada (n=3)

Amostra	Valor certificado	Valor encontrado
NIST 1515	0,013 ± 0,002	0,015 ± 0,002
NBS 1517	0,11 ± 0,001	0,10 ± 0,001
NIES 10b	0,32 ± 0,02	0,33 ± 0,02
Couve	---	0,11 ± 0,02

Conclusões

O sistema de pré-concentração em linha proposto é simples, rápido e eficiente e pode ser aplicado para determinação de Cd em quantidades de ng L⁻¹ em amostras vegetais.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, FAPESB, e ao Professor Dr. Sérgio L. C. Ferreira pelo apoio.

¹ Gaspar, A.; Berndt, H. *Spectrochim. Acta B.* **2000**, *55*, 587.

² Tarley, C. R. T.; Arruda, M. A. Z.. *Anal. Science.* **2004**, *20*, 961.