

Análise quantitativa de níquel por refletância difusa em FIA

Matthieu Tubino (PQ)*, Carlos A. R. Queiroz (PG)

tubino@iqm.unicamp.br

Instituto de Química, UNICAMP, Caixa Postal 6154, CEP 13083-970, Campinas, SP

Palavras Chave: refletância difusa, FIA, níquel.

Introdução

Em procedimentos analíticos em fluxo, apesar de já haverem sido estudados vários sistemas onde o analito flui ao longo da linha no estado sólido sendo nesta detectado, ainda não está resolvida de modo amplo a questão da detecção. Resolvemos atacar esta problemática usando a técnica da refletância difusa na região visível do espectro. Assim, o trabalho a seguir descrito em resumo, tem por meta, o desenvolvimento de um método analítico para análise de níquel em FIA através de detecção por refletância difusa. Para esta finalidade está sendo utilizada a reação clássica de níquel com dimetilgloxima, em meio amoniacal, com a formação de um precipitado rosa forte com máximo de absorção em 546 nm. A cela de medida refletométrica baseia-se, em essência, numa outra usada para refletância difusa em sistemas discretos¹. Visando a otimização do método forma estudadas as influências de diversos parâmetros como: concentração de amônia; concentração de dimetilgloxima; concentração de etanol; vazão do fluxo carregador; comprimento da bobina de reação; volume de amostragem. Com base nos parâmetros utilizados construiu-se a curva de calibração.

Resultados e Discussão

A influência da concentração de amônia foi estudada entre 0,1 e 3,0 mol/L tendo sido observado que a de 0,5 mol/L apresenta os dados mais favoráveis. A concentração de dimetilgloxima que apresentou os melhores resultados foi a de $1,076 \times 10^{-3}$ mol/L, sendo a faixa estudada entre $2,687 \times 10^{-4}$ e $1,076 \times 10^{-3}$ mol/L. A presença de etanol na solução de trabalho é importante de modo a promover a dissolução da dimetilgloxima. O melhor resultado, considerando o compromisso entre a altura do sinal e a dissolução da dimetilgloxima foi de 10% v/v. O volume de amostra introduzida no sistema foi estudado entre 90 μ L e 300 μ L, sendo que os melhores resultados foram obtidos com o volume de 150 μ L. A influência do comprimento da bobina foi verificada entre 15 cm e 110 cm, tendo sido selecionado o de 70 cm como o mais adequado. A precisão do método, evidenciada pelo desvio padrão relativo é da ordem de 2,5%, o que pode ser considerado excelente para um procedimento que implica na formação de um precipitado num sistema

de fluxo e, ainda, medidas de refletância difusa. Na Figura 1 está representada

uma curva de calibração. Pode-se facilmente observar que há uma correlação linear entre 0 e $4,5 \times 10^{-4}$ mol/L de níquel. Deve-se ressaltar, porém, que abaixo de $1,8 \times 10^{-4}$ mol/L. não ocorre a precipitação do complexo devendo-se adicionar quantidade conhecida de níquel para induzi-la. O limite de detecção foi estimado em $1,5 \times 10^{-5}$ mol/L.

As potenciais interferências podem ser consideradas aquelas do sistema níquel-dimetilgloxima.

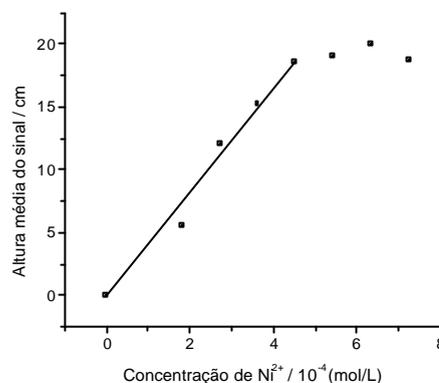


Figura 1. Curva de calibração do sistema Ni²⁺ / dimetilgloxima. Condições: Fundo de escala do registrador potenciométrico= 2 mV (1 cm = 0,08 mV); vazão= 1,50 mL / min em cada linha; Volume da alça de amostragem = 150 μ L; concentração de etanol = 10 % v/v; Concentração de NH₃ = 0,5 mol/L; Concentração de dimetilgloxima = $1,076 \times 10^{-3}$ mol/L; Concentrações de Ni²⁺ / mol/L = $1,813 \times 10^{-4}$, $2,719 \times 10^{-4}$, $3,626 \times 10^{-4}$, $4,532 \times 10^{-4}$, $5,439 \times 10^{-4}$, $6,345 \times 10^{-4}$ e $7,252 \times 10^{-4}$.

Conclusões

Pelos resultados obtidos observa-se que o método de fluxo com detecção por refletância difusa desenvolvido para níquel, precipitado com dimetilgloxima, é perfeitamente viável, podendo ser estendido à outros sistemas com a presença, no sistema, de sólidos em suspensão.

Agradecimentos

CNPq e FAPESP. _____

1. Matias FAA, Vila MMDC, Tubino M.; A simple device for quantitative colorimetric diffuse reflectance measurements, Sensors and Actuators B-Chemical 88 (1): 60-66 JAN 1 (2003).