

# Otimização de metodologia analítica para pré-concentração e determinação de cádmio usando sistema de fluxos automático.

\*Pablo Auda<sup>1</sup> (IC), Sueli P. Quinaia<sup>1</sup> (PQ), Edgard M. Ganzarolli<sup>1</sup> (PQ)

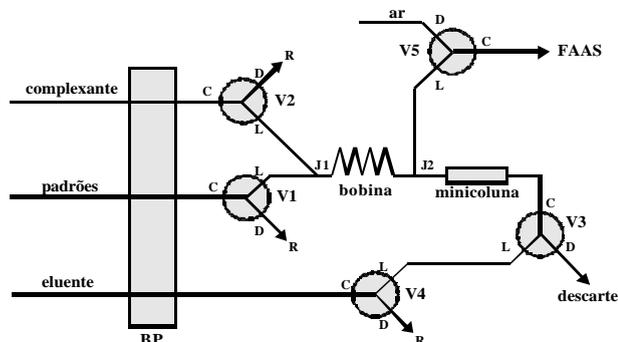
\*[spquinaia@unicentro.br](mailto:spquinaia@unicentro.br)

1 - Universidade Estadual do Centro Oeste - UNICENTRO - Campus CEDETEG - Rua Simeão Camargo Varela de Sá, 03 - Bairro Cascavel - Guarapuava - PR - CEP 85049-080

Palavras Chave: cádmio, pré-concentração, sistema de fluxos.

## Introdução

Neste trabalho foi realizada a otimização pelo método univariado de parâmetros experimentais para uma metodologia analítica de pré-concentração e determinação de  $Cd^{2+}$  a partir de matrizes aquosas. Para isto, utilizou-se um sistema de fluxos já proposto anteriormente com pequena modificação (Figura 1). Este sistema foi composto basicamente por: bomba peristáltica, cinco válvulas solenóides de três vias, duas confluências de Teflon, uma bobina de mistura (comp. = 100 cm), uma minicoluna com sílica C18, tubos de polietileno (d.i. = 0,5 mm) e tubos de Tygon. O sistema foi controlado via computador usando-se sua porta paralela, uma interface de acionamento baseada no C.I. ULN2003A e um programa escrito em Quick Basic 4.5 (Microsoft). A detecção foi realizada simultaneamente ao processo de eluição (detecção *on line*), por espectrometria de absorção atômica em chama (FAAS). Para a etapa de complexação/adsorção utilizou-se padrões de  $Cd^{2+}$ , solução 0,01 % m/v de dietilditiocarbamato de sódio (NaDDTC) e minicoluna com C18 para retenção do complexo  $Cd(DDTC)_2$ . Na etapa de eluição, utilizou-se etanol 70 % v/v, sendo que esta, foi realizada no sentido reverso ao de adsorção. Para detecção utilizou-se a altura de pico do sinal transiente de absorvância. Após a otimização, foram determinados os fatores de enriquecimento (FE) para duas faixas de concentrações de  $Cd^{2+}$ .



**Figura 1.** Esquema básico do sistema de fluxos: BP = bomba peristáltica, V1-V5 = válvulas solenóides de três vias, J1 e J2 = confluências de Teflon, D= canal desligado, L = canal ligado, C= canal comum, R = retorno de fluxo.

## Resultados e Discussão

A Tabela I resume os melhores parâmetros obtidos para a otimização de: (A) pH etapa complexação / adsorção, (B) vazão complexação / adsorção, (C) concentração do eluente e (D) tipo de eluente (etanol ou metanol).

**Tabela I.** Melhores parâmetros obtidos

parâmetro	A pH	B mLmin <sup>-1</sup>	C % v/v	D tipo
resultado	8	6,6*	70	etanol

\*Soma: complexante(3,0mLmin<sup>-1</sup>)+padrão(3,6 mLmin<sup>-1</sup>)

O pH da etapa complexação/adsorção produziu efeito significativo sobre o sinal analítico, sendo que este, atingiu um ponto de máximo em pH próximo de 8. Já a vazão da etapa complexação/adsorção, não influenciou de forma significativa o sinal analítico, e sendo assim, optou-se pela maior vazão testada com o objetivo de minimizar o tempo de análise. A concentração do eluente influenciou o sinal analítico até 70 %v/v, pois para soluções mais concentradas, não observou-se alterações significativas no sinal analítico. Desta forma, optou-se pelo uso desta concentração mais baixa, com o objetivo de economia de reagente e aumento da vida útil dos tubos de Tygon. Quanto ao tipo de eluente observou-se melhor resultado para o etanol em relação ao metanol. Os fatores de enriquecimento obtidos com os sistema já otimizado e 7,2 mL de padrões foram: FE1 = 23,9 e FE2 = 110,4 para faixas de 20-160  $\mu\text{gL}^{-1}$  e 2-20  $\mu\text{gL}^{-1}$  de  $Cd^{2+}$ , respectivamente.

## Conclusões

O sistema apresentou bom desempenho após as otimizações realizadas, e isto foi concluído após a verificação dos fatores de enriquecimento obtidos.

## Agradecimentos

Os autores expressam seus agradecimentos ao Laboratório de Análise de Águas da UNICENTRO, e à Fundação Araucária - PR.

Ferreira, S. L. C.; Lemos, V. A.; Santelli, R. E.; Ganzarolli, E. M.; Curtius, A. J. *Microchemical Journal*, USA, **2001**, 68, 41.