

Avaliação do Desempenho de Nanotubos de Carbono para Pré-concentração de Chumbo Usando Sistemas em Fluxo Acoplado a FAAS

Adriano F. Barbosa¹ (IC), Mariana G. Segatelli² (PG), Antonio S. Santos³ (PQ), Arnaldo C. Pereira³ (PQ), Lauro T. Kubota³ (PQ), Pedro O. Luccas¹ (PQ) e César R. T. Tarley¹(PQ)*

¹Universidade Federal de Alfenas (Unifal - MG), Departamento de Ciências Exatas, Rua Gabriel Monteiro, 714, 37130-000, Alfenas – MG. ²Universidade Estadual de Campinas (Unicamp), Instituto de Química, Departamento de Química Inorgânica, Campus Universitário Zeferino Vaz s/n, 13083-970, Campinas - SP. ³Universidade Estadual de Campinas (Unicamp), Instituto de Química, Departamento de Química Analítica, Campus Universitário Zeferino Vaz s/n, 13083-970, Campinas - SP. *ctarleyquim@yahoo.com.br

Palavras Chave: nanotubos de carbono, pré-concentração, chumbo.

Introdução

Nanotubos de carbono (NTC) vêm atraindo grande interesse em diferentes segmentos da ciência, devido suas excepcionais características, tais como: boas propriedades químicas, elétricas, mecânicas e condutoras e elevada área superficial. Diante de tais propriedades, vários são os trabalhos que contemplam o uso destes materiais na melhoria das propriedades dos polímeros, na ação catalítica de reações e, também, na confecção de biossensores. Apesar do expressivo número de aplicações dos NTC e, principalmente, devido à elevada área superficial, nota-se que a literatura ainda é carente de estudos relacionados com sistemas de extração/pré-concentração destes materiais frente a espécies metálicas. Os únicos trabalhos são direcionados para a pré-concentração de terras raras, cádmio, manganês e níquel com posterior determinação por ICP OES [1,2]. Assim sendo, no presente trabalho é apresentado um novo método analítico de pré-concentração em fluxo de íons Pb (II) usando NTC e detecção por FAAS. A fim de otimizar as variáveis pertinentes do sistema, empregou-se planejamento fatorial e metodologia de superfície de resposta.

Resultados e Discussão

Os NTC utilizados neste trabalho foram do tipo "Multi-Wall" submetidos a um tratamento com ácido nítrico concentrado de acordo com a literatura [1]. A etapa de pré-concentração foi realizada por meio da percolação de 20 mL solução de Pb (II) a uma vazão de 5,0 mL min⁻¹ sobre 30 mg de NTC empacotado numa mini-coluna. Após esta etapa, a eluição dos íons Pb (II) foi conduzida em sentido oposto ao da pré-concentração com uma solução de ácido nítrico 1,0 mol L⁻¹. As variáveis avaliadas e seus respectivos níveis foram: pH (2,6 e 6,0), vazão de pré-concentração (VP) (2,5 e 5,0 mL min⁻¹), concentração do tampão acetato/ácido acético (CT) (0,01 e 0,1 mol L⁻¹), e concentração do eluente (CE) (HNO₃) (0,1 e 1,0 mol L⁻¹).

O planejamento fatorial 2⁴ empregado para avaliar o efeito das quatro variáveis no sistema indicou que todas foram significativas. No entanto, as variáveis VP e CE foram fixadas nos valores 5mL min⁻¹ e 1,0 mol L⁻¹ para, respectivamente, elevar a frequência analítica do método e evitar efeitos de memória. As variáveis restantes (pH e CT) foram otimizadas por meio da matriz de Doehlert, resultando numa superfície de resposta, cujo modelo quadrático foi atestado por meio da análise de variância. Os valores ótimos de pH e CT foram, respectivamente, 4,7 e 3,0 x10⁻³ mol L⁻¹. Testes de interferência foram realizados com os metais Co, Ni, Mn, Zn, Cu, Cd e Al nas razões 1:2 e 1:10 (analito/interferente), ao passo que, para Ca e Mg as razões foram 1:10 e 1:100. Este teste permitiu verificar que apenas o Cd e Co em maior nível proporcionaram interferência significativa. Os parâmetros analíticos foram: faixa linear de 8,57 a 775 µg L⁻¹, fator de pré-concentração de 46, índice de consumo de 0,450 mL e eficiência de pré-concentração de 11,5. Os respectivos limites de detecção e quantificação foram 2,57 e 8,57 µg L⁻¹ e precisão (repetibilidade, n=8) de 7,7 e 1,4% para soluções de 15 e 200 µg L⁻¹ de íons Pb (II). O método foi aplicado na determinação de Pb (II) em amostras de água e de fitoterápicos, bem como foi validado por meio de materiais certificados de referência.

Conclusões

Os resultados obtidos mostram o grande potencial adsorptivo dos NTC frente aos íons Pb (II), indicando seu promissor emprego no desenvolvimento de sistemas simples de pré-concentração em fluxo com elevada sensibilidade. Além disso, o método é caracterizado pela ausência de linhas adicionais de complexantes no sistema, resultando em economia de reagentes.

Agradecimentos

PROBIQ, Unifal-MG, Unicamp.

¹Liang, P.; Liu, Y.; Guo, L. *Spectrochim. Acta Part B* **2005**, 60, 125.
²Liang, P.; Liu, Y.; Guo, L.; Zeng, J.; Lu, H. B. *J. Anal. At. Spectrom.* **2004**, 19, 1492.

