

# Determinação de Cádmio em Níveis de $\text{ng L}^{-1}$ Empregando Sistema de Pré-concentração em Linha com Nanotubos de Carbono Multiparede (NTC) Acoplado com TS-FF-AAS

Adriano Francisco Barbosa<sup>1</sup> (IC), Eduardo Costa de Figueiredo<sup>2</sup> (PG), Marco Aurélio Zezzi Arruda<sup>2</sup> (PQ), Mariana Gava Segatelli<sup>2</sup> (PG), Pedro Orival Luccas<sup>1</sup> (PQ) e César Ricardo Teixeira Tarley (PQ)<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Alfenas, Departamento de Ciências Exatas, Rua Gabriel Monteiro, 714, 37130-000, Alfenas – MG. <sup>2</sup>Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Química, Campus Universitário Zeferino Vaz s/n, 13083-970, Campinas - SP. \*ctarleyquim@yahoo.com.br

Palavras Chave: nanotubos de carbono, pré-concentração, TS-FF-AAS

## Introdução

A TS-FF-AAS é uma recente técnica analítica, que proporciona uma notável melhoria na sensibilidade do FAAS. Isto se deve a alta eficiência de amostragem e ao maior tempo de residência dos átomos no caminho ótico. Devido a este acréscimo de sensibilidade esta técnica tem sido eficiente para a determinação de metais em diferentes amostras [1]. Entretanto, dependendo do tipo de matriz se faz necessária a inclusão de uma etapa de pré-concentração visando atingir limites de detecção ainda menores. Assim sendo, alguns trabalhos vêm apresentando o acoplamento de sistemas de pré-concentração a TS-FF-AAS, com ênfase no aumento da sensibilidade empregando adsorventes sólidos. Desta forma, o presente trabalho visa desenvolver um método analítico para a determinação de cádmio em níveis de  $\text{ng L}^{-1}$  por meio de um sistema de pré-concentração em fluxo acoplado a TS-FF-AAS, utilizando, para tanto, nanotubos de carbono (NTC) como adsorvente. A otimização das variáveis pertinentes ao sistema foi realizada por meio de técnicas multivariadas e metodologia de superfície de resposta.

## Resultados e Discussão

A pré-concentração em fluxo de Cd (II) foi realizada percolando 10 mL de amostra (pH 4,9) sobre 30 mg de NTC (previamente oxidados com ácido nítrico concentrado) contido em uma mini-coluna cilíndrica a uma vazão de  $5,0 \text{ mL min}^{-1}$ . Após a etapa de pré-concentração a eluição foi realizada com ácido nítrico  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  a uma vazão de  $1,0 \text{ mL min}^{-1}$ . Esta vazão foi fixada neste valor para garantir uma maior eficiência na formação do spray térmico. Com o intuito de reduzir o número de experimentos, bem como, maximizar a resposta analítica empregou-se um planejamento fatorial fracionário  $2^{5-1}$  seguido de um planejamento com matriz de Doehlert. As variáveis e seus respectivos níveis estudados foram: pH (3,2-7,0), concentração do tampão (CT) ( $0,01-0,001 \text{ mol L}^{-1}$ ), vazão de pré-concentração (VP) ( $2,5-5,0 \text{ mL min}^{-1}$ ), concentração do eluente (CE) ( $0,5-1,0 \text{ mol L}^{-1}$ ) e tipo do eluente TE

(HCl-HNO<sub>3</sub>). A partir do planejamento fatorial fracionário, verificou-se que as variáveis pH, CT e VP foram significativas, ao passo que, o TE e CE não proporcionaram efeitos significativos. Assim sendo, optou-se em utilizar como eluente o HNO<sub>3</sub> na concentração de  $0,5 \text{ mol L}^{-1}$  visando minimizar o consumo do reagente. Em relação as variáveis significativas, adotou-se a VP de  $5 \text{ mL min}^{-1}$  com intuito de evitar vazamentos no sistema, enquanto que, o pH e a CT foram otimizados por meio da matriz de Doehlert. A superfície de resposta obtida é mostrada na figura 1, com valores máximos de absorvância em 4,9 para pH e  $2,0 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$  para CT. As figuras de mérito estão reunidas na tabela 1.

Tabela 1. Figuras de mérito do método proposto.

Figuras de mérito	Resultados
Limite de detecção	$11,4 \text{ ng L}^{-1}$
Limite de quantificação	$38,1 \text{ ng L}^{-1}$
Fator de pré-concentração	53,5
Índice de consumo	0,187 mL
Eficiência de pré-concentração	26,7

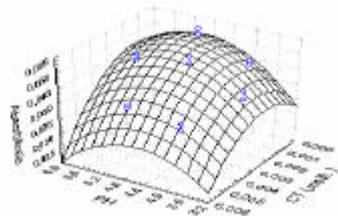


Figura 1 – Superfície de Resposta.

## Conclusões

O método proposto neste trabalho evidencia a eficácia e simplicidade do acoplamento de uma etapa de pré-concentração usando NTC com TS-FF-AAS. Devido à elevada capacidade adsorviva dos NTC, foi obtido um limite de detecção bastante reduzido, e inferior àquele obtido por técnicas com custo superior, como a GFAAS, por exemplo.

## Agradecimentos

PROBIQ, Unifal-MG, Unicamp, CAPES

<sup>1</sup>Tarley, C.R.T.; Arruda, M.A.Z. *Anal. Sci.* **2004**, *20*, 961.