

Determinação de cobre, zinco, cádmio e níquel por ICP OES após o estágio de pré-concentração com extração no ponto nuvem

*Edson Luiz da Silva (PQ), Maria Fernanda Giné (PQ), (elsilva@cena.usp.br)

Centro de Energia Nuclear na Agricultura – CENA-USP, Av. Centenário, 303 - CEP 13416-000 - Piracicaba - SP

Palavras Chave: Pré-concentração, ponto nuvem.

Introdução

Atualmente, a extração no ponto nuvem (CPE) é considerada um procedimento de grande potencial em química analítica e ambiental. Este sistema constituído de moléculas de surfactante tornou-se muito atrativo pelo fato de estar em concordância com princípios da “química limpa” [1]. Várias metodologias analíticas têm sido desenvolvidas para separar e pré-concentrar compostos orgânicos e complexos metálicos de diversas matrizes, usando como meio extrator um agente surfactante. Este procedimento tem evidenciado várias vantagens com relação à extração líquido-líquido convencional, tais como menor custo, maior segurança e simplicidade, excelentes fatores de pré-concentração, em geral a fase extratora é menos tóxica e seu volume é muito pequeno. A micela é uma das estruturas de moléculas de surfactante mais interessante em química analítica, que consiste na agregação de monômeros do surfactante. Em soluções muito diluídas, estes monômeros estão dissolvidos no solvente como moléculas individuais. Acima da concentração micelar crítica (CMC), estes monômeros associam-se espontaneamente, formando agregados de dimensões coloidais. Espécies hidrofóbicas em solução aquosa podem interagir com as micelas, sendo extraídas da solução e pré-concentradas em uma fase rica de surfactante. Este trabalho propõe um procedimento analítico para a separação e pré-concentração simultânea de cobre, zinco, cádmio e níquel por CPE, empregando Triton X-114 como surfactante não iônico e 4(2-piridilazo)-resorcinol como agente quelante.

Resultados e Discussão

O procedimento de extração no ponto nuvem foi realizado com 15 ml de uma solução padrão ou amostra, contendo os analitos, PAR 0,6 mmol l⁻¹ e Triton X-114 0,15% m/v. A solução analítica foi tamponada em pH 5 e mantida por 20 min em banho termostatzado a 55°C. Depois do aquecimento, a separação das fases foi acelerada por centrifugação durante 10 min em 4800 rpm. Os tubos contendo as duas fases separadas foram colocados em banho de gelo por 5 min, a fim de aumentar a viscosidade da fase rica e conseqüentemente facilitar a separação

das fases por inversão do tubo. Uma alíquota de 1,5 ml de

solução contendo HNO₃ 0,5 mol l⁻¹ e etanol 1% v/v foi adicionada na fase rica, facilitando sua introdução no sistema nebulizador do ICP OES. Alguns parâmetros do procedimento de extração foram otimizados pelo método univariado, usando 15 ml de solução analítica contendo 200 µg l⁻¹ de Cu(II), Zn(II), Cd(II) e Ni(II). As análises foram realizadas em duplicatas e cada replicata permitiu três leituras por ICP OES. O efeito de pH sobre a recuperação dos analitos é mostrado na Fig. 1 e o pH selecionado foi 5. A quantidade de tampão, a concentração de PAR e de Triton X114 também foram otimizados, e seus respectivos valores foram 0,3 ml, 0,6 mmol l⁻¹ e 0,15% w/v. O método apresentou boa precisão, resultando valores de R.S.D. de 1,3 a 2,6% (n = 9). O método foi aplicado em amostras de água potável e mineral. Foram observados efeitos de matriz nestas amostras, os quais foram minimizados pelo controle da força iônica nas soluções padrão e amostra. Está sendo realizado um estudo sobre estes efeitos de matriz.

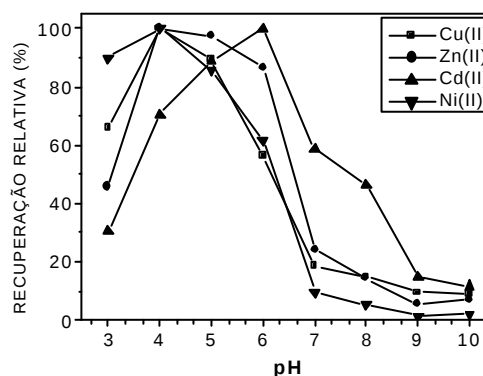


Fig. 1 - Efeito de pH sobre a extração dos analitos.

Conclusões

A determinação simultânea dos analitos por ICP OES permitiu reduzir consideravelmente o tempo de análise quando comparada com detectores monoelementares.

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa de pós-doutorado.

1. Bezerra, M. A.; Arruda, M. A. Z.; Ferreira, S. L. C. *Applied Spectrosc. Rev.* **2005**, 40, 269.