

Otimização de um procedimento para determinação de cianocomplexos metálicos em efluentes de refinaria usando cromatografia de íons.

Renata Souza e Silva¹ (PQ), Sílvia Moreira Taketsuma¹ (IC), Ricardo Erthal Santelli^{1*} (PQ), Maria de Fátima Batista Carvalho² (PQ), Marcos de Almeida Bezerra^{1,3} (PQ), santelli@geoq.uff.br.

1 - Departamento de Geoquímica, Universidade Federal Fluminense, Outeiro São João Batista s/n, Centro, Niterói/RJ, 24020-150. 2 - Centro de Pesquisas e Desenvolvimento da PETROBRÁS, Avaliação e Monitoramento Ambiental, Av. Jequitibá, 950, Cidade Universitária, Rio de Janeiro/RJ, 21941-598. 3 - Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Rua José Moreira Sobrinho s/n, Jequiezinho, Jequié/BA, 45206-190.

Palavras Chave: cromatografia de íons, cianocomplexos metálicos, planejamento de misturas, efluentes de refinaria.

Introdução

Os cianetos e seus compostos são muitos tóxicos e representam sérios riscos aos seres vivos. Diversas atividades industriais podem introduzir compostos orgânicos e inorgânicos de cianeto nos ambientes aquáticos. Então, a determinação desses compostos em efluentes industriais é muito importante por possibilitar o monitoramento das suas concentrações, permitindo que esses efluentes sejam descartados com segurança para a biota¹.

No presente trabalho, um planejamento de misturas centróide simplex² foi aplicado no desenvolvimento de um procedimento para determinação de cianocomplexos metálicos de Fe(II), Co(III) e Ni(II) em efluentes de refinaria usando cromatografia de íons por pareamento iônico com eluição isocrática e detecção por supressão de condutividade.

Resultados e Discussão

A otimização das proporções dos componentes da fase móvel em cromatografia de íons é importante para poder avaliar a qualidade e a eficiência da separação dos analitos, adequando o sistema cromatográfico para se obter o menor tempo de análise. Para tal, foi utilizado um planejamento de misturas centróide simplex² para encontrar a melhor proporção entre os componentes da fase móvel (acetonitrila, solução de carbonato de sódio 1,0 mmol.L⁻¹ e solução de hidróxido de tetrabutilamônio 2,0 mmol.L⁻¹), com a finalidade de promover a separação dos cianocomplexos metálicos de interesse. Ainda na fase móvel, utilizou-se uma solução de cianeto de sódio cuja concentração foi fixada em 0,1 mol.L⁻¹, com o propósito de manter a estabilidade dos cianocomplexos analisados. O planejamento utilizado no processo de otimização está apresentado na Tabela 1 e foram avaliadas duas respostas: a resolução entre os cianocomplexos de Fe(II) e Co(III) e a resolução entre os cianocomplexos

de Co(III) e Ni(II), através de uma função de desejabilidade, sendo estabelecidas faixas aceitáveis para essas resoluções em função do tempo de retenção. Deste modo, o modelo matemático ajustado indicou que a proporção ótima dos componentes da fase móvel foi: 20% de acetonitrila, 35% da solução de Na₂CO₃ e 45% da solução de TBAOH.

Tabela 1. Planejamento para otimização da composição da fase móvel.

Exp.	ACN	TBAOH	Na ₂ CO ₃	DG
1	30 (1)	45 (0)	25 (0)	0.00
2	15 (0)	60 (1)	25 (0)	0.25
3	15 (0)	45 (0)	40 (1)	0.21
4	15 (0)	52,5 (1/2)	32,5 (1/2)	0.32
5	22,5 (1/2)	45 (0)	32,5 (1/2)	0.67
6	22,5 (1/2)	52,5 (1/2)	25 (0)	0.55
7.1	20 (1/3)	50 (1/3)	30 (1/3)	0.62
7.2	20 (1/3)	50 (1/3)	30 (1/3)	0.64
7.3	20 (1/3)	50 (1/3)	30 (1/3)	0.63

ACN - acetonitrila; TBAOH - hidróxido de tetrabutilamônio; DG - desejabilidade global

Nas condições otimizadas, os limites de detecção estimados foram 0.003, 0.047 e 0.010 mg.L⁻¹ para Fe(CN)₆⁴⁻, Co(CN)₆⁴⁻ e Ni(CN)₆⁴⁻ respectivamente. O procedimento desenvolvido foi aplicado na determinação destes cianocomplexos metálicos em amostras de efluentes de refinaria de petróleo.

Conclusões

O planejamento de misturas permitiu a otimização das proporções de cada componente da fase móvel possibilitando a separação dos cianocomplexos de Fe(II), Co(III) e Ni(II) em conformidade aos parâmetros cromatográficos para a determinação desses analitos em efluentes de refinaria.

Agradecimentos

¹ Noroozifar, M.; Khorasani-Motlagh, M.; Hosseini S.N.,
Analytica Chimica Acta 528 (2005) 269.

² Neto, B.B.; Scarmínio, I.E.; Bruns, R.E. *Como fazer experimentos*. Ed. Unicamp, 2003