

Sistema de complexação e pré-concentração de Cr (VI) utilizando 1,5-Difenilcarbazida e espectrometria de absorção atômica em chama.

Catarinie D.Pereira¹(PG)*, João G.Techy¹(IC), Edgard M.Ganzarolli¹(PQ), Sueli P. Quináia¹(PQ)

*c a t 22@hotmail.com

1 - Universidade Estadual do Centro Oeste do Paraná - UNICENTRO

Palavras Chave: pré-concentração, FIA, Cr (VI)

Introdução

Os elementos-traço, elementos químicos que ocorrem na natureza em pequenas quantidades, estão entre os principais poluentes de ambientes aquáticos por não serem biodegradáveis. Quando o elemento-traço crômio é lançado em um corpo aquático os estados de oxidação mais estáveis são o Cr (III) e Cr (VI), sendo este último o mais tóxico¹. Pelo fato do Cr estar presente em quantidades traço é necessário o emprego de técnicas de pré-concentração. O acoplamento da dinâmica dos sistemas de análise em fluxo ao uso de mini-colunas preenchidas com resinas adsorventes tem-se revelado uma das mais proeminentes contribuições para processos de pré-concentração e separação de metais. Estes sistemas são rápidos, contínuos e utilizam pequenos volumes de reagentes/amostras. Este trabalho teve como objetivo desenvolver e otimizar um método analítico de pré-concentração de Cr(VI).

Resultados e Discussão

Para a pré-concentração do Cr (VI) utilizou-se um sistema automático em fluxo utilizando 5 válvulas solenóides de três via, uma bomba peristáltica, uma minicoluna contendo adsorvente sólido (sílica C18), uma bobina de mistura (comp. = 100 cm), tubos de tygon e de Teflon² (Figura 1). O sistema foi controlado via computador usando-se sua porta paralela, interface de acionamento e um programa escrito em Quick Basic 4.5. Foram realizados ensaios em amostras sintéticas contendo concentrações conhecidas de Cr. O complexante utilizado na pré-concentração (complexação/adsorção) do Cr (VI) foi 1,5-difenilcarbazida (DFC) (0,01% m/v) que com o metal forma um complexo de coloração violeta-vermelho. O teor de DFC utilizado neste trabalho foi proveniente de estudos realizados que apontaram um sinal de 33% maior que o proposto na literatura (0,1% m/v)³. Na etapa de eluição utilizou-se metanol, sendo que esta, foi realizada no sentido inverso ao de adsorção. A detecção *on-line* foi realizada simultaneamente ao processo de eluição, por espectrometria de absorção atômica em chama. Para detecção utilizou-se a altura de pico do

sinal transiente de absorvância. Após a otimização, foi determinado o fator de enriquecimento (FE) a partir das curvas de calibração do crômio (VI). A Tabela 1 apresenta as principais características obtidas na metodologia desenvolvida.

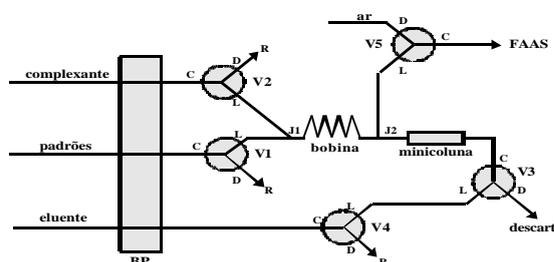


Figura 1. Esquema básico do sistema de fluxos: BP = bomba peristáltica, V1-V5 = válvulas solenóides de três vias, J1 e J2 =confluências de Teflon, D= canal desligado, L =canal ligado, C=canal comum, R = retorno de fluxo.

Tabela 1. Características do método de pré-concentração proposto.

| Tempo pré-concentração (s) | Tempo eluição (s) | r* | r** | F.E | Curva de calibração (µg/L) | Curva de calibração (µg/L) |
|----------------------------|-------------------|--------|--------|-----|----------------------------|----------------------------|
| 360 | 20 | 0.9996 | 0.9998 | 184 | 25-100 | 1000-5000 |
| 600 | 20 | 0.9986 | 0.9998 | 100 | 5-20 | 1000-5000 |

*submetido ao processo de pré-concentração ** não pré-concentrada

Conclusões

Concluiu-se que a metodologia aplicada foi eficiente para a determinação do Cr (VI) apresentando um fator de enriquecimento satisfatório. Se em águas naturais o teor de crômio estiver abaixo de 5 µg/L o tempo de pré-concentração poderá ser aumentado a fim de detectar níveis menores do elemento na amostra.

Agradecimentos

À Unicentro e CNPQ

¹Priego-Capote, F.; Luque de Castro, M. D. Journal of Chromatography A, 2006, 1113, 244-250.

²Ferreira, S. L. C.; Lemos, V. A.; Santelli, R. E.; Ganzarolli, E. M.; Curtis, A. J. Microchemical Journal, USA, 2001, 68, 41.

Sociedade Brasileira de Química (SBQ)

³Grudpan,K.;Jakmunee,J. *ScienceAsia*,1999,25 , 99-106.