Desenvolvimento de procedimentos limpos para determinação de Cu, Fe e Ni em materiais vegetais após extração em ponto nuvem.

Sidnei Gonçalves da Silva* (PG) e Fábio R. P. Rocha (PQ) *sidgon@iq.usp.br

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, Av. Prof. Lineu Prestes, 748, 05513-970, São Paulo.

Palavras Chave: *espectrofotometria, extração em ponto nuvem, química limpa.*

Introdução

Separação por formação de micelas é uma das aplicações mais importantes e práticas de surfactantes, podendo ser exploradas para pré-concentração[1]. Este fenômeno é baseado no comportamento de soluções aquosas de surfactantes não-iônicos, que exibem separação de fases quando ocorre alteração de pressão ou temperatura ou a adição de sais. Extração em ponto nuvem de complexos hidrofóbicos formados com metais foi descrita primeiramente por Watanabe e colaboradores[2]. Os procedimentos são geralmente baseados na complexação dos metais com um agente quelante hidrofóbico para posterior extração com surfactante[2].

Resultados e Discussão

Cobre, ferro e níquel reagem com TAN em pH entre 4,0 e 8,0 formando complexos hidrofóbicos. Neste presente trabalho, em tubos de 15 mL, foram preparadas soluções contendo entre 10 e 100 µg L^{-1} de metal, 150 µg de TAN e 50 mg de Triton X-114. Para gerar o ponto nuvem as amostras foram submetidas a aquecimento a 60º C por 15 minutos e posteriormente centrifugadas por 20 minutos a 3000 rpm. Em seguida a solução aquosa residual foi removida com o auxílio de uma pipeta de Pauster. Após a separação, a fase rica foi diluída para 0,5 mL com etanol. Medidas de absorbância foram efetuadas nos comprimentos de onda de máxima absorção dos complexos. Uma fotografia dos tubos contendo a amostra antes e após a extração é mostrada na Figura 1.

O complexo formado com o ferro (II) apresenta dois máximos de absorção, nas regiões de 550 nm e 787 nm. O complexo de níquel também apresenta dois máximos de absorção, 554 nm e em 596 nm. O complexo formado com o cobre apresenta máximo de absorção em 567 nm.

A faixa de resposta e equações das curvas analíticas para o cobre, ferro e níquel foram: 20 – 50 µgL^{-1} (A = 0,0067C - 0,103, r^2 = 0,998), 10 – 100 µgL^{-1} (A = 0,0041C - 0,0118, r^2= 0,999) e 7 – 67 µgL^{-1} (A= 0,0128C + 0,121, r^2 = 0,970), respectivamente. Os limites de detecção (99,7% de confiança) foram estimados em 9,3 µgL^{-1} para o cobre, 1,4µgL^{-1} ferro, e 3,8 µgL^{-1} níquel. Os fatores de enriquecimento obtidos foram de 15 e 30 quando utilizado volume final de fase rica igual a 1,0 e 0,5 mL, respectivamente. Através de medidas de absorbância no sobrenadante foi confirmado que as extrações foram quantitativas. Os coeficientes de variação foram menores que 5% em todas as extrações.

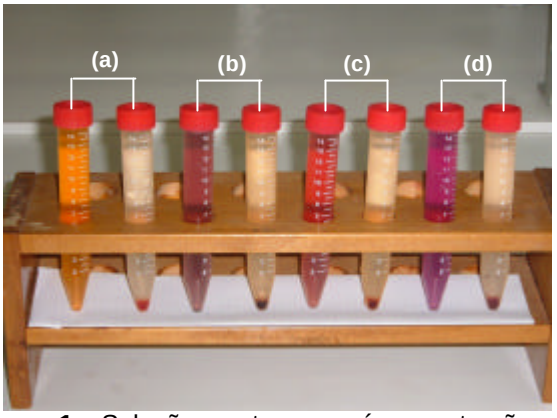

Figura 1. Soluções antes e após a extração em ponto nuvem, (a) branco, (b) ferro, (c) cobre e (d) níquel, antes (tubo à esquerda) e após a extração (à direita).

Conclusões

Com o procedimento proposto, é possível extrair e determinar cobre, ferro e níquel, com fatores de enriquecimento compatíveis ou superiores aos obtidos em extração por solventes. O procedimento evita o uso de solventes orgânicos tóxicos ao meio ambiente, minimizando a quantidade de resíduos gerados durante a análise. A complexação é realizada em meio homogêneo tornando o procedimento mais simples e favorecendo a transferência de fase. O surfactante utilizado é de baixo custo e usado em quantidade mínima.

Agradecimentos

Agradecemos ao CNPq e à FAPESP pelas bolsas e auxílios.

[1] Pramauro, E.; Pellizzetti, E., Colloids Surfaces **1990**, 48, 193.
[2] Paleologos, E. K.; Giokas, D. L.; Karayannis, M. I., Trends Anal. Chem. **2005**, 24, 426.