# Sistema de análise em fluxo para pré-concentração e determinação de íons cobre em amostras de aguardente de cana

**Patricia Antonio (PG)[1,2], Wanessa R. Melchert (PG)[1], Juliana Naozuka (PG)[1], Fábio R. P. Rocha (PQ)[1], Maria Encarnácion V. Suárez-Iha (PQ)[1*]**

*1. Instituto de Química, Universidade de São Paulo, 2. Escola de Engenharia Mauá - Instituto Mauá de Tecnologia, *maevsiha@iq.usp.br*

Palavras Chave: *XAD-7, DPKSH, FIA e aguardente de cana*

## Introdução

A *SPE* (*Solid Phase Extraction*)[1] consiste no uso de um material sólido, fase estacionária, e de uma fase líquida, móvel. *SPE* tem sido acoplada a sistemas de análise em fluxo (FIA) apresentando vantagens como a automação, aumento de sensibilidade e melhoria de seletividade. A di-2-piridil cetona salicíloilhidrazona (DPKSH)[2] é uma hidrazona quelante que pode ser aplicada à *SPE,* sendo usada para modificar uma superfície sólida. Neste trabalho, é descrito o estudo da determinação de íons Cu(II) em amostras de aguardente de cana por meio da extração do íon metálico em resina polar, não iônica Amberlite XAD-7 modificada com DPKSH, em análise por injeção em fluxo. Os resultados foram comparados com as técnicas de Espectrofotometria e Absorção Atômica com Chama.

## Resultados e Discussão

A resina polar não iônica XAD-7 foi modificada por contato com o DPKSH, sob agitação e temperatura (25±1)ºC constantes por 10 minutos. A massa do ligante adsorvido por grama de XAD-7 foi $1{,}09.10^{-3}$ g DPKSH/ g XAD-7. Na Figura 1, está esquematizado o sistema de análises em fluxo com um injetor temporizado que permanece 90 segundos na etapa de retenção e 20 segundos na etapa de eluição dos íons Cu(II) da resina. A coluna empregada no estudo apresenta 25mm de comprimento e 2mm de diâmetro interno.

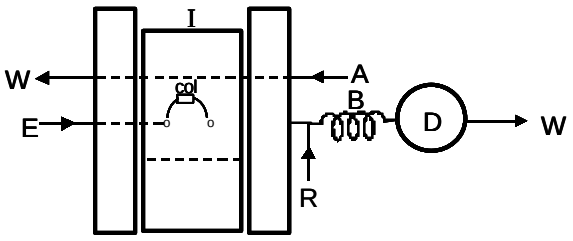


**Figura 1.** Diagrama de fluxo para determinação de $Cu^{2+}$. **A =** amostra (2,3 ml $min^{-1}$), **E =** $HNO_3$ 0,05 mol $L^{-1}$, 2,9 ml $min^{-1}$), **R** = DPKSH $1{,}04.10^{-4}$ mol $L^{-1}$ + tampão HAc/$Ac^-$ 0,3/0,3 mol $L^{-1}$, 2,3 ml $min^{-1}$), **col =** coluna com resina modificada (XAD-7), **D =** espectrofotômetro, 382 nm, **B =** bobina de 50 cm e **W =** descarte.

Os parâmetros analíticos foram otimizados e o coeficiente de variação (n=14) foi estimado em 3% e a freqüência de amostragem em 32 medidas/hora, considerando o tempo de pré-concentração de 90s e solução de Cu(II) 5,6 $10^{-7}$ mol $L^{-1}$. Obteve-se a curva analítica para o íon metálico Cu(II) na faixa de $5{,}02.10^{-9}$ a $4{,}01.10^{-6}$ mol $L^{-1}$ e os parâmetros calculados foram: $A = 5{,}65.10^4 \times C_{DPKSH} + 0{,}0146$, $r^2 = 0{,}9924$. A Tabela 1 mostra os resultados obtidos na determinação de íons Cu(II) em aguardente de cana com o procedimento proposto, comparados com os obtidos por Absorção Atômica com Chama e Espectrofotometria.

**Tabela 1.** Determinação da concentração de íons Cu(II), em mg $L^{-1}$, em amostras de aguardente de cana.

| Amostras | FIA | FAAS | Espectrofotometria |
|---|---|---|---|
| A | 0,92±0,02 | 1,30±0,03 | 1,07±0,05 |
| B | 1,20±0,02 | 1,33±0,06 | 1,23±0,02 |
| C | 1,50±0,03 | 2,10±0,03 | 1,77±0,06 |

## Conclusões

O método proposto é uma alternativa para a separação e determinação de íons Cu(II) uma vez que os valores encontrados foram semelhantes aos obtidos com as técnicas de Espectrometria de Absorção Atômica com Chama e Espectrofotometria. Os valores encontrados da concentração de íons Cu(II) em amostras comerciais de aguardente de cana estão de acordo com a legislação brasileira[3] (máximo permissível: 5 mg $L^{-1}$). Além de apresentar características de procedimentos em fluxo como alta freqüência de amostragem, baixo consumo de reagente e automação, o sistema utiliza na etapa de eluição menor concentração do $HNO_3$ quando comparado ao método em batelada.

## Agradecimentos

CNPq / FAPESP / IMT - EEM / IQ - USP

[1] Saha, B *et al.*; Reactive & Funcional Polymers, **2004**, 60, 233-244.
[2] Garcia-Vargas, M.; Belizón, M. ; Hernández-Artiga, M.P. ; Martinez, C. e Pérez-Bustamante, *J.A.- Applied. Spectroscopy*., **1986**, 40(7), 1058-1062.
[3] Ministério da Agricultura; Complementação de Padrões de Identidade e Qualidade dos Destilados Alcoólicos; Portaria n.371, Brasília, 1974.