

Pré-concentração on-line por extração em fase sólida empregando nanotubo de carbono: Aplicação na determinação de cobre por espectrofotometria

Giovana de F. Lima (IC), Polyana M. de J. Souza (IC), Pedro O. Luccas (PQ), César R. T. Tarley * (PQ).
*tarley@unifal-mg.edu.br

Universidade Federal de Alfenas (Unifal - MG), Departamento de Ciências Exatas, Rua Gabriel Monteiro da Silva, 714, CEP 37130-000, Alfenas – MG.

Palavras Chave: Cobre, planejamento fatorial, pré-concentração, nanotubo de carbono.

Introdução

O cobre é um importante elemento químico alvo de vários estudos. Comumente, sua determinação é realizada por meio de métodos espectroanalíticos. Dentre essas técnicas a Espectrofotometria UV-vis apresenta vantagens em relação às demais no tocante aos baixos custos de aquisição, versatilidade e simplicidade operacional. No entanto, apesar da viabilidade econômica, a Espectrofotometria UV-vis não apresenta alta sensibilidade considerável para a quantificação de metais em certas amostras, requerendo, desta forma, estratégias para melhorar seu desempenho analítico^[1]. Para solucionar esta limitação, etapas de pré-concentração têm sido empregadas com êxito ao longo dos anos. Os nanotubos de carbono (NTC) se figuram como adsorventes em potencial de espécies metálicas apresentando elevada estabilidade química e física e, principalmente, a elevada área superficial, condições propícias em processos adsorptivos^[2]. O presente estudo baseia-se na pré-concentração dos íons cobre em uma minicoluna de NTC com posterior eluição com HNO_3 diluído. Os íons cobre eluídos reagem, por confluência, com o complexante dietilditiocarbamato (DDTC) formando o complexo $\text{Cu}(\text{DDTC})_2$ detectado em 452 nm. Posteriormente, o complexo é solubilizado com o surfactante brometo de cetiltrimetilamônio (BCTA).

Resultados e Discussão

Executou-se o tratamento da minicoluna de NTC modificado com HNO_3 segundo Barbosa et al.^[3]. A funcionalização com ácido nítrico concentrado promove a formação dos sítios de ligação capazes de reterem íons cobre e asseguram a eliminação de catalisadores metálicos usados na síntese do nanomaterial. Inicialmente, efetuou-se uma varredura espectral de 700 a 400 nm com intuito de avaliar o efeito do pH (2,5 a 9,0) de complexação no perfil de absorção do complexo $\text{Cu}(\text{DDTC})_2$. Como a reação também ocorre em meio ácido, torna-se possível desenvolver um método de pré-concentração empregando eluentes ácidos. As

variáveis pertinentes ao sistema de pré-concentração em fluxo foram otimizadas utilizando planejamento fatorial fracionário, completo e matriz de Doehlert. As condições ótimas de análise encontradas foram: concentração do complexante 0,15% (m/v), vazão e concentração do surfactante 0,6 mL min⁻¹ e 1% (m/v) respectivamente, vazão de pré-concentração 5,4 mL min⁻¹ e pH da amostra 5,2. A reação de complexação entre DDTC e íons metálicos é bastante conhecida e sabe-se que esta é pouco seletiva. Desta forma, avaliou-se a influência de vários metais (Mn^{+2} , Zn^{+2} , Fe^{+3} , Co^{+2} , Ni^{+2} , Ba^{+2} , Pb^{+2} , Cd^{+2} , Al^{+3} , Cr^{+3}) no método proposto. Verificou-se pouca interferência no sinal analítico do cobre, indicando que os NTC apresentam maior afinidade pelos íons Cu^{+2} em detrimento aos interferentes investigados. O método apresentou limites de detecção e quantificação 1,56 $\mu\text{g L}^{-1}$ e 5,19 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente, fator de enriquecimento de 38 vezes, eficiência de concentração de 13,3 min⁻¹, índice de consumo de 0,39 mL e freqüência de amostragem de 18 leituras h⁻¹. As etapas futuras do método compreendem a averiguação da exatidão que será feita por testes de adição e recuperação ou por meio de técnicas alternativas e finalmente a aplicação em amostras de interesse ambiental e/ou alimentício.

Conclusões

A minicoluna de NTC mostrou-se eficiente na pré-concentração de cobre com aumento considerável na sensibilidade do método. Ainda, foi notada pouca interferência na determinação de cobre, indicando possível aplicação do método para determinação do elemento em amostras reais.

Agradecimentos

FAPEMIG, CNPq e Unifal-MG.

¹ Namiésnik, J. *Crit Rev. in Anal. Chem.* 2000, .30, 221.

² Byszewski, P. et al. *Journal of Physics Chemistry Solids.* 1997, 58, 1679.

³ Barbosa, A. F. et al. *Talanta*, (in press), 2006.