

Método de pré-concentração em meio micelar do complexo de Ni²⁺ com dietilditiocarbamato otimizado por meio de planejamento fatorial

Renata S. Amais (IC), Pedro O. Luccas (PQ) e César R. T. Tarley (PQ)*

¹Universidade Federal de Alfenas (Unifal - MG), Departamento de Ciências Exatas, Rua Gabriel Monteiro da Silva, 714, CEP 37130-000, Alfenas – MG.

*ctarleyquim@yahoo.com.br

Palavras Chave: ponto nuvem, níquel, ETAAS.

Introdução

A inserção da quantificação de espécies metálicas em baixas concentrações no controle de qualidade de processos industriais e/ou biomédicos impulsionou o desenvolvimento de métodos analíticos com etapas de pré-concentração. A extração por ponto nuvem configura-se um sistema de pré-concentração líquido-líquido o qual faz uso de surfactantes substituindo assim o uso de solventes orgânicos. A determinação de níquel faz-se necessária já que possui importantes funções no organismo humano, como cofator de várias enzimas e em excesso pode causar sérios prejuízos como as dermatites de contato e até o câncer ^[1]. Assim, a proposta do trabalho é o desenvolvimento de um método de pré-concentração de níquel por ponto nuvem com determinação por espectrometria de absorção atômica em forno de grafite (GF AAS) empregando planejamento fatorial e matriz de Doehlert na etapa de otimização do método, a fim de melhorar o desempenho analítico com menor número de experimentos se comparado com otimização univariada além de obter informações inerentes à interação entre as variáveis.

Resultados e Discussão

A extração e conseqüente pré-concentração de Ni²⁺ por ponto nuvem foi realizada a partir de 9 mL de solução de Ni²⁺ 6,67 µg L⁻¹ e quantidades apropriadas de tampão, dietilditiocarbamato de sódio (DDTC) e surfactante triton X114 a fim de conferir 12 mL em um tubo de ensaio. Para extração do ponto nuvem esta mistura permaneceu por 15 min em banho maria e em seguida submetida a centrifugação por 15 min. Após estas etapas o tubo de ensaio foi resfriado em banho de gelo e o sobrenadante removido. A fase rica foi seca em fluxo de N₂ e redissolvida 200 µL de HNO₃ 1,5 mol L⁻¹. Desta solução 10 µL foram introduzidos no GFAAS e operado de acordo com o manual do aparelho. Os fatores considerados importantes na formação do ponto nuvem de níquel em meio micelar foram investigados por meio de um planejamento fatorial fracionário 2⁵⁻¹ sendo estes fatores, concentração de tampão (0,01 a 0,10 mol

L⁻¹), pH (3,75 a 5,75), concentração do surfactante [0,07 a 0,12 % (v/v)], temperatura de formação do

ponto nuvem (30 a 60 °C) e concentração de complexante (0,001 a 0,01 mol L⁻¹). Este estudo indicou que a variável temperatura não influencia no sistema, logo foi fixada no menor nível, 30°C. Já a interação entre as variáveis concentração de surfactante e concentração de complexante demonstrou importância ao sistema bem como a interação entre pH e concentração de tampão. Desta forma, duas matrizes de Doehlert foram realizadas, a primeira para a interação de maior importância, concentração de surfactante e concentração de complexante e a segunda para pH e concentração de tampão, a fim de obter condições ótimas análise. A partir desta investigação as condições otimizadas para extração do ponto nuvem foram: concentração de surfactante 0,11% (v/v), concentração de tampão 0,08 mol L⁻¹, pH igual a 4,75 e concentração de complexante 0,018 mol L⁻¹. Empregou-se também matriz de Doehlert para a otimização do programa de aquecimento do forno de grafite, obtendo as seguintes condições ótimas: temperatura de pirólise em 900°C, tempo de pirólise 10 s e temperatura de atomização de 2000°C. As etapas futuras compreendem na realização da curva analítica e obtenção das figuras de mérito, bem como a avaliação da exatidão do método. Além disso, pretende-se investigar os níveis de Ni²⁺ em amostras de interesse alimentício.

Conclusões

O método demonstrou-se eficiente na pré-concentração de Ni²⁺ apresentando um ganho de sinal igual a 13 vezes. O planejamento fatorial foi uma ferramenta essencial para a otimização das variáveis químicas, bem como o programa de aquecimento do forno de grafite.

Agradecimentos

FAPEMIG, FINEP, CNPq e Unifal-MG

¹ Belitz, H. D. et al. *Food Chemistry* 1999, 2nd Ed.; Springer, Berlin, Germany.