

Desenvolvimento de um sistema de pré-concentração em linha para determinação de Mn em águas usando otimização simplex

Queila Oliveira dos Santos¹ (IC), Cléber Galvão Novaes¹ (PG), Islânia Moreno¹ (IC), Marcos de Almeida Bezerra¹ (PQ), Valfredo Azevedo Lemos¹ (PQ)

¹ – Laboratório de Química Analítica, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Jequié, Jequié – Ba, CEP 45.206-190.

Palavras Chave: otimização simplex, águas naturais, manganês, pré-concentração.

Introdução

A determinação de metais em concentrações traço é ainda um grande desafio para os químicos analíticos. O desenvolvimento de métodos de separação e pré-concentração é necessário para viabilizar a determinação de analitos em matrizes complexas, contornando as dificuldades que surgem devido à presença de interferentes. A vantagem da pré-concentração é também possibilitar a determinação de metais em quantidades traço usando técnicas analíticas que inicialmente não teriam limites de quantificação suficientemente baixos para realizar tal tarefa.

Neste trabalho é proposto o uso de otimização simplex para o desenvolvimento de um sistema de pré-concentração em linha automatizado para a pré-concentração de manganês em águas naturais e determinação por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

Resultados e Discussão

O sistema automatizado de pré-concentração (Figura 1) baseia-se na extração em fase sólida do manganês em uma minicoluna recheada com Amberlite XAD-4 funcionalizada com 2-aminotiofenol, eluição do metal com uma solução de ácido clorídrico e leitura no FAAS. As condições de operação no espectrômetro são as recomendadas pelo fabricante para comprimento de onda (279,5 nm), largura de fenda (0,2 nm) e corrente da lâmpada (9,0 mA).

Todas as etapas do processo de pré-concentração são controladas por um programa de computador que comutam quatro válvulas selenóides definindo o percurso dos fluxos da amostra e do eluente no sistema. As variáveis que afetam o desempenho da pré-concentração (pH, vazão de amostragem e concentração do eluente) foram otimizadas usando-se um simplex básico¹. Para as três variáveis, o simplex é representado por um tetraedro regular que se desloca no espaço experimental em direção região onde se encontram as maiores respostas (sinal de absorvância). Desta forma, foram encontrados os seguintes valores ótimos para as variáveis: pH 9,0; vazão de amostragem de 6,0 mL min⁻¹ e concentração do HCl de 0,30 mol L⁻¹ com tempo de pré-concentração fixo em 1 min. Nestas condições foi obtido um fator de

pré-concentração de 12 vezes com limite de quantificação de 2,2 µg L⁻¹.

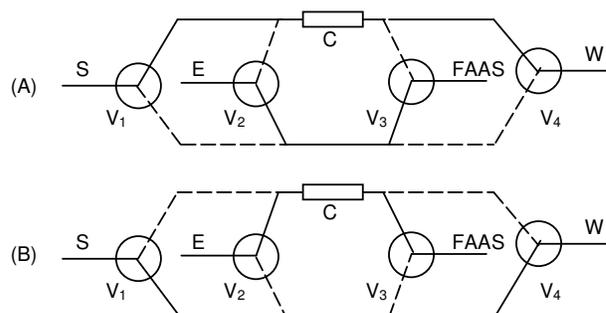


Figura 1. Sistema de pré-concentração em linha: V (válvulas selenóides); S (amostra); E (eluente); W (descarte). A, amostragem; B, eluição.

O procedimento desenvolvido foi aplicado na determinação de manganês em amostras de água coletadas no trecho urbano do Rio de Contas em Jequié/BA. Os resultados são apresentados na Tabela 1. Futuramente, o procedimento será validado por comparação dos resultados gerados utilizando este método e pela aplicação da GF AAS em novas amostras.

Tabela 1 Determinação de Mn em águas de rio

Amostra	Concentração (µg L ⁻¹)
1	9,2 ± 0.5
2	13,8 ± 0.4
3	67,6 ± 0.6

Conclusões

O sistema desenvolvido e otimizado pelo método simplex permitiu a pré-concentração em linha de manganês e sua determinação em quantidades traço em águas de rio coletadas no perímetro urbano utilizando FAAS.

Agradecimentos

FAPESB, CAPES, CNPq

¹ Neto, B.B.; Scarmínio, I.S.; Bruns, R.E. *Como fazer experimentos. Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria*. Editora da Unicamp. Campinas, São Paulo, 2001.