

Automação da extração no ponto nuvem para determinação de Co e Ni em extratos de sedimentos

Maria Fernanda Giné (PQ), Aparecida F. Patreze (TC), José R. Ferreira (PQ), Boaventura F. Reis (PQ)

Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, Av. Centenário 303, Piracicaba, SP, 13416-000.

Palavras Chave: Extração em ponto nuvem, resíduos de Arsênico, sistema automatizado.

Introdução

A extração no ponto nuvem de elementos químicos em solução utilizando surfactantes não iônicos tem sido efetuada seguindo etapas experimentais que são lentas¹, requerem vários dispositivos e expostas à contaminação. Em geral efetua-se a prévia complexação dos analitos em condições de pH definidos, adiciona-se o surfactante e aquece-se até atingir a concentração micelar crítica CMC. A separação das micelas acelera-se por centrifugação. Nesta pesquisa, um sistema em fluxo é proposto para efetuar estes procedimentos de forma rápida e com rendimentos de extração comparáveis aos obtidos manualmente. O sistema foi testado para a pre-concentração de Co e Ni disponíveis em extratos de sedimentos, utilizando a complexação com 4-(2 piridilazo resorcinol) e a formação da micela, com Triton® X-114. O sistema foi conectado ao espectrômetro de emissão ótica com fonte de plasma ICP OES.

Resultados e Discussão

O sistema em fluxo proposto é apresentado na Figura a seguir:

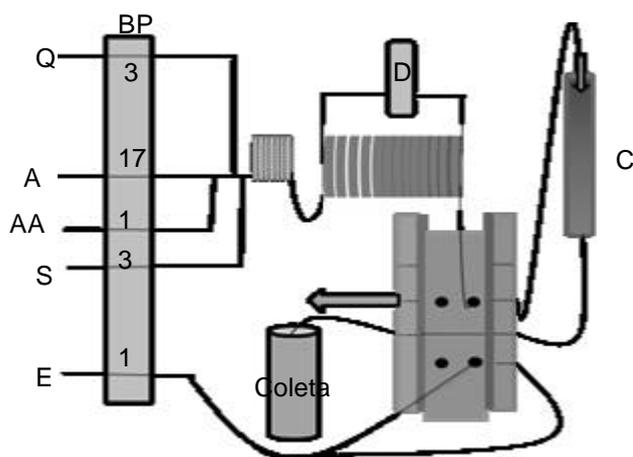


Figura 1. Sistema para automação da extração no ponto nuvem. BP bomba peristáltica, R resistência, D dimer, C coluna de retenção, A amostra, AA adição do analito, Q quelante, S surfactante, E eluente.

As soluções do agente quelante e surfactante foram adicionadas em sequência à amostra, misturadas e

aquecidas até 45 °C na bobina de Teflon® enrolada

na resistência elétrica de 25 W (127V). O injetor na posição indicada na Fig. 1 direciona as soluções através da coluna contendo lâ de quartzo. Nesta, as micelas são retidas e, a fase pobre coletada para outras determinações. Depois da passagem da amostra o injetor foi movimentado para a posição de eluição com HNO₃ 0,1 mol/L, transportando os analitos para o espectrômetro. Este procedimento foi sincronizado com o sistema de medidas do ICP OES.

Os extratos de sedimentos foram obtidos a partir de 2 g de amostra por agitação mecânica durante 2 h em 50mL de HCl 1 mol/L. Para cada amostra foram efetuadas tres repetições de forma a quantificar Co e Ni empregando o método das adições de padrão. O sistema em fluxo permitiu utilizar vazões altas, de forma que as micelas foram produzidas e coletadas em 3,2 min. Colunas com diferentes dimensões foram testadas, optando-se pela de 10 mm di. e 20 cm enchidas com lâ de quartzo. Na eluição empregou-se vazão de 1 mL/min compatível com a do nebulizador do espectrômetro de forma a efetuar o procedimento em linha. Foram programadas 3 medidas consecutivas de 30s.

Tabela 1. Valores da eficiência de extração, fatores de pre-concentração e as concentrações típicas nos extratos.

| | Eficiência | Fator | µg/ml |
|----|------------|-------|-------|
| Co | 92 | 14 | 0,01 |
| Ni | 89 | 12 | 0,03 |

Conclusões

O sistema em fluxo apresenta maior rapidez e menor risco de contaminação para efetuar a extração no ponto nuvem. A eficiência de preconcentração é comparável ao método manual.

Agradecimentos

Ao CNPq e FAPESP pelo apoio financeiro

¹ Watanabe, H.; Tanaka, H., *Talanta*. **1978**, 25, 585.