

## Aplicação da resina Amberlite XAD-4 funcionalizada com Br-TAO em sistema para pré-concentração e determinação de chumbo

Cleber G. Novaes<sup>1,\*</sup> (PG), Juracir S. Santos<sup>1</sup> (PG), Sérgio L. C. Ferreira<sup>1</sup> (PQ), Valfredo A. Lemos<sup>2</sup> (PQ)

\*e.mail: galvaonovaes@yahoo.com.br

1- Departamento de Química Analítica, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, Campus Universitário de Ondina, CEP: 40170-115, Salvador-BA

2- Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Laboratório de Química Analítica, Campus de Jequié, CEP: 45206-190, Jequié-BA

Palavras Chave: Otimização multivariada, XAD-4/Br-TAO, chumbo, águas naturais.

### Introdução

A extração em fase sólida tem se caracterizado como uma importante ferramenta para separação/pré-concentração de metais, pois permite adsorver espécies químicas diretamente na fase sólida promovendo uma separação efetiva. A Amberlite XAD-4 funcionalizada com reagentes orgânicos tem sido usada em procedimentos de pré-concentração devido aos seus altos fatores de enriquecimento, alta seletividade, alta velocidade de transferência de massa, além de simplicidade de operação<sup>1,2</sup>. A funcionalização de resinas confere maior estabilidade ao composto, fácil regeneração para ciclos múltiplos de sorção-dessorção e reproduzibilidade de sorção<sup>3</sup>.

Neste trabalho é proposto o uso da resina Amberlite XAD-4 modificada com o reagente 2-amino-5-bromotiazolilazo-2-orcinol (Br-TAO). As reações envolvidas foram: nitração do anel aromático estirênico, redução do grupo nitro com cloreto estanoso, diazotação e, por fim, reação do sal de diazônio com o composto aromático Br-TAO. A resina foi aplicada em um sistema de pré-concentração de chumbo em águas naturais e determinação por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

### Resultados e Discussão

A otimização de algumas variáveis foi executada usando planejamento fatorial 2<sup>3</sup>. As condições experimentais otimizadas foram pH 5,0, concentração do tampão acetato 0,10 mol L<sup>-1</sup> e vazão de amostragem de 8,0 mL min<sup>-1</sup>. Os dados do planejamento foram avaliados através da análise de variância (ANOVA) e pela análise dos resíduos gerados entre os valores preditos e os valores observados. Outras variáveis também foram otimizadas, tais como, vazão do eluente (4,0 mL min<sup>-1</sup>), volume de amostra (25,0 mL), volume de eluente HCl (250 µL), concentração do eluente (1,0 mol L<sup>-1</sup>) e massa da resina (150 mg). As principais

características analíticas do sistema de pré-concentração em batelada estão apresentadas na Tabela 1.

**Tabela 1.** Figuras de mérito do método para determinação de chumbo

Figuras de mérito	Valor
Limite de detecção	0,50 µg L <sup>-1</sup>
Limite de quantificação	1,7 µg L <sup>-1</sup>
Faixa linear	1,7 a 200 µg L <sup>-1</sup>
Fator de enriquecimento	60
Precisão	4,1 %
Frequência de amostragem	17 h <sup>-1</sup>
Coeficiente de correlação (R)	0,9994

A metodologia proposta foi validada usando material de referência certificado NIST 1643d (Fresh Water). Foi feito um estudo detalhado do efeito de outros íons na presença do analito, verificando que os mesmos não interferem na determinação do chumbo, dentro da faixa estudada. O método foi aplicado à determinação de chumbo em águas naturais.

### Conclusões

A resina apresentou-se como um sorvente promissor para uso em sistemas (em linha ou em batelada) para determinação de chumbo, viabilizando a determinação deste metal em águas naturais, de forma rápida e eficiente.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES

<sup>1</sup>Teixeira, V. G.; Coutinho, F. M. B.; Gomes, A. S. *Química Nova*. **2004**, 27, 754.

<sup>2</sup>Ferreira, S. L. C.; Lemos, V. A.; Santelli, R. E.; Ganzarolli, E.; Curtius, A. J. *Microchemical Journal*. **2001**, 68, 41.

<sup>3</sup>Tewari, P. K.; Singh, A.K. *Fresenius Journal of Analytical Chemistry*. **2000**, 367, 562.