

Desenvolvimento de metodologia para determinação de metais em águas salinas por FAAS após extração no ponto nuvem

Leandro dos Santos¹(IC)*, Diego Moreno Neiva Pereira¹(IC), Queila Oliveira dos Santos¹(IC), Islania Moreno¹(IC), Marcos de Almeida Bezerra¹(PQ).
leokimico@hotmail.com

Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Jequié, Rua José Moreira Sobrinho s/n

Palavras Chave: *Extração no Ponto Nuvem, Metais, Amostras salinas*

Introdução

A necessidade da determinação de metais em matrizes salinas torna-se relevante, principalmente, no que se refere à saúde humana e à conservação do meio ambiente. A determinação de elementos traços em águas salinas é uma tarefa difícil devido à alta concentração de sais. Metodologias de separação e pré-concentração como a extração em ponto nuvem podem ser usadas para assegurar que os analitos sejam extraídos de sua matriz complexa, rica em interferentes e transferidos para uma solução que possibilite a sua determinação exata e precisa.

Neste trabalho, desenvolveu-se um método para pré-concentração de cobre e zinco no ponto nuvem do surfactante Triton X-114 a partir de águas salinas produzidas da extração de petróleo em plataformas marítimas e determinação por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

Resultados e Discussão

A otimização do procedimento analítico foi realizada por metodologia de superfícies de respostas usando-se a matriz de Doehlert para as variáveis pH e volume do surfactante. As pré-concentrações foram feitas a partir de soluções de $30 \mu\text{g L}^{-1}$ de Cu e Zn. Duplicatas de todos os experimentos foram realizadas para permitir a avaliação do erro experimental associado aos processos de pré-concentração e medida. Para avaliação das condições para extração simultânea dos metais estudados (cobre e zinco) utilizou-se uma abordagem matemática que se baseia no estabelecimento de uma função de desejabilidade a qual combina as respostas individuais do zinco e do cobre. A análise das superfícies de respostas indica que as condições ótimas para a extração dos dois metais estão na mesma região experimental. Desta forma, a extração deve ser realizada em pH 8 e utilizando-se 1 mL de surfactante.

Após otimização, a extração é realizada da seguinte forma: À 50 mL da amostra adiciona-se 1 mL de solução do surfactante Triton X-114 a uma concentração de 5% (m/v), 500 microlitros de

solução do agente quelante piridilazo naftol (PAN) à uma concentração de 5% (m/v) e 500 microlitros de solução tampão de borato de sódio pH=8,0. A solução deve ser aquecida durante 10 minutos a uma temperatura de aproximadamente 60°C para promover a separação das fases e acelerada por centrifugação durante 10 minutos. Para diminuir a viscosidade e homogeneizar a fase micelar, adicionou-se 100 microlitros de uma solução de etanol em ácido nítrico a 2% v/v. Logo em seguida, a solução foi levada ao FAAS para realizar a quantificação dos metais. O método desenvolvido apresentou fator de pré-concentração de 22 e 18 vezes e limite de quantificação de 8 e $10,5 \mu\text{g L}^{-1}$ para cobre e zinco, respectivamente. Testes de adição/recuperação dos analitos estiveram na faixa de 95-105%. A metodologia desenvolvida será aplicada em amostras salinas de águas produzidas na exploração de petróleo da Região Nordeste do Brasil. A interferência de transporte originada da salinidade residual na fase rica em surfactante também foi avaliada mostrando que a variação da salinidade residual é um fator que influencia nas medidas, exigindo que a calibração seja feita pela técnica da adição-padrão ou do padrão interno. A metodologia desenvolvida foi aplicada em águas salinas produzidas da exploração de petróleo.

Conclusões

A metodologia de superfícies de resposta usando a matriz de Doehlert foi eficiente na otimização do método analítico para determinação de cobre e zinco em amostras salinas por extração no ponto nuvem. A salinidade residual na fase rica em surfactante requer uma técnica de calibração adequada como a adição padrão ou padronização interna para determinação exata dos analitos.

Agradecimentos

UESB, FAPESB e CNPq.

¹ Bezerra, M.A.; Conceição, A. L. B., Ferreira, S. L. C., *Microchim. Acta* 154 (2006), pp. 149-152.

² Bezerra, M. A.; Ferreira, S. L. C., *Extração em ponto nuvem: Princípios e aplicações em química analítica. Edições UESB, Vitória da Conquista, 2006.*