

APLICAÇÃO DO REAGENTE Br-TACI NA PRÉ-CONCENTRAÇÃO DE ÍONS Ni(II) POR PRECIPITAÇÃO

André Souza Araújo (PG)¹, Vitor Hugo Miguês (IC)¹, Hygor Rodrigues de Oliveira (PG)¹, Regina Terumi Yamaki (PQ)¹, Valfredo Azevedo Lemos^{*} (PQ)¹, Marcos de Almeida Bezerra (PQ)¹. vlemos@pq.cnpq.br

¹Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Campus de Jequié, Jequié-Ba.

Palavras Chave: Níquel, pré-concentração; precipitação, Br-TACI; planejamento experimental.

Introdução

Técnicas de enriquecimento baseadas em precipitação direta são caracterizadas pela formação de compostos insolúveis para extrair os componentes de uma solução. Após a formação da substância insolúvel, pequenas quantidades de um solvente são adicionadas. Então, promove-se a dissolução e posterior detecção dos componentes. Neste trabalho, propõe-se um método de pré-concentração baseado na precipitação dos íons Ni(II) com o reagente complexante o 2-(5-bromotiazolilazo)-4-clorofenol (Br-TACI). As variáveis que influenciam o sistema foram otimizadas utilizando-se Metodologia de Superfície de Resposta.

Resultados e Discussão

A síntese do reagente Br-TACI, envolveu a etapa de diazotação do 2-amino-5-bromotiazol com NaNO₂ e posterior acoplamento do sal de diazônio formado, com o 4-clorofenol.¹ O produto foi caracterizado por determinação do ponto de fusão, testes de solubilidade e espectros no infravermelho e visível. O ponto de fusão obtido para o Br-TACI foi igual a 148,0 - 148,2°C, esse reagente é solúvel em etanol P.A. e diclorometano P. A.. A estrutura do Br-TACI é mostrada na Figura 1.

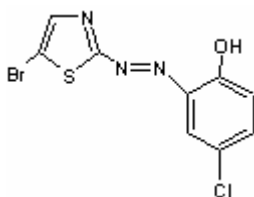


Figura 1. Estrutura do Br-TACI

O procedimento de pré-concentração consistiu da adição de 200 µL do reagente Br-TACI a 0,2 % (m/v) a uma solução tamponada contendo até 100,00 µg L⁻¹ de íons Ni(II). Adicionou-se, então, 500 µL da solução de KCl 2,0 mol L⁻¹. O sistema foi resfriado em banho de gelo e centrifugado por 20 minutos. Após a centrifugação, retirou-se o sobrenadante. O precipitado foi dissolvido com uma solução de HNO₃ 7,0 mol L⁻¹. A detecção de íons

Ni(II) foi feita por espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

Para a otimização do método de pré-concentração foi aplicada a Metodologia de Superfície de Resposta Matriz Doehlert.² Os fatores estudados foram: pH e tempo de banho de gelo. Utilizou-se o sinal analítico – absorvância como a resposta dependente na avaliação do sistema.

De acordo com a Figura 2, o sinal para íons Ni(II) é máximo nos pontos pH 6,0 e tempo de banho de gelo 44 minutos. Os limites de detecção e quantificação obtidos foram 2,1 e 7,1 µg L⁻¹, respectivamente. O fator de pré-concentração, calculado como a razão entre as inclinações das curvas analíticas obtidas com e sem o sistema de precipitação foi de 18 vezes. O método foi aplicado à determinação de níquel em águas naturais.

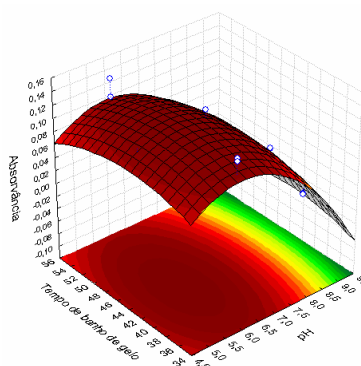


Figura 2. Superfície resposta da absorvância do níquel em função do pH e do tempo no banho de gelo.

Conclusões

A Metodologia de Superfície de Resposta permitiu uma otimização rápida e simples das variáveis envolvidas no sistema. A metodologia de precipitação aplicada na pré-concentração de íons níquel(II) é simples, rápida e de baixo custo.

Agradecimentos

FINEP, FAPESB

¹Lemos, V. A; ET al. *Anal. Chim. Acta*, **2003**, 481,283 – 290.

²Bezerra, MA, ET al. *Talanta*, **2008**, 76, 965-977.