

Micro-extração e determinação de Cu(II) por sistema de injeção em fluxo (FIA) acoplado ao espectrômetro de absorção atômica (FAAS).

Adriano S. Pereira¹(PG), Guilherme Ferreira¹(PG), Marco A. U. Martinez¹(PQ), Laercio Caetano¹(PQ), Ademir dos Santos²(PQ), Gustavo R. Castro¹(PQ)* castrogr@dfq.feis.unesp.br

¹ Departamento de Física e Química --Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – UNESP

² Departamento de Química Analítica – Instituto de Química e Araraquara - UNESP

Palavras Chave: metais, micro-extração, FIA, FAAS

Introdução

A determinação de metais em baixas concentrações em vários tipos de matrizes exige a utilização de equipamentos sofisticados como GFAAS ou ICPMS. Assim, o presente trabalho tem o objetivo de proporcionar uma determinação segura de Cu(II) utilizando sistema FIA acoplado a um espectrômetro de absorção atômica.

Resultados e Discussão

Uma coluna com 5 mg de sílica funcionalizada com a molécula 4-amino-2-mercaptimidina (Si-AMP) foi empacotada em um tubo tygon e o sistema foi montado de acordo com a Figura 1. Através de experimentos em batelada[1,2] a Si-AMP apresentou a capacidade de adsorção de Cu(II) = 0,34 mmol g⁻¹.

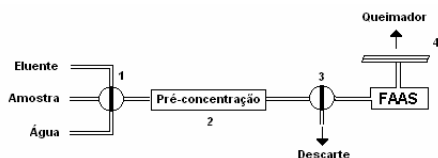


Figura 1. Sistema de fluxo contínuo acoplado ao FAAS utilizado na determinação de cobre.

O sistema em fluxo foi otimizado utilizando o método univariado, através do qual foi avaliada a melhor vazão da amostra e do eluente, concentração do eluente e a reutilização da coluna. Os parâmetros adotados encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1. Parâmetros otimizados e utilizados na pré-concentração de íons Cu(II).

Parâmetros	Quantidade	Unidade
Vazão da amostra	1,0	mL min ⁻¹
Vazão do eluente	2,0	mL min ⁻¹
Volume do eluente	0,5	mL
Concentração do eluente	2,0	mol L ⁻¹
Reutilização da coluna	27	ciclos

Os resultados dos testes de adição recuperação para a percolação de 5,0 mL de uma solução 0,05 mg L⁻¹ e 5 mL de padrão de água certificado (SRM 1643e), encontram-se na Tabela 2.

Tabela 2. Percentagem de recuperação obtida utilizando o sistema em fluxo contínuo.

Parâmetros	Conc.	Conc.	% recup.
Cu(II)	0,05 mg L ⁻¹	0,496 mg L ⁻¹	99,2
Cu(II) SRM	0,022 mg L ⁻¹	0,237 ± 0,019 mg L ⁻¹	96,36 - 107

Com base nos resultados apresentados na Tabela 2, observa-se que o sistema apresenta boa recuperação, ~ 100%, tanto para a solução estoque quanto para o material certificado. O fator de pré-concentração conseguido foi próximo de 10 vezes e calculado de acordo com a equação 1.

$$F_p = C_e/C_p \quad \text{Equação 1,}$$

onde C_e representa a concentração da solução percolada e C_p a concentração do eluato.

Conclusões

O material utilizado na coluna apresentou bons resultados para aplicação em sistema em fluxo. O fator de pré-concentração conseguido foi de ~ 10 vezes e a coluna apresentou estabilidade até 27 ciclos. Em estudos futuros o material poderá ser aplicado na determinação de traços de metais em amostras reais.

Agradecimentos

FAPESP – Processo 2006/54946-9

¹ Castro G. R. et al. *Microchim Acta*, **2008**, 160, 203.

² Roldan, P. S. et al. , *Anal Bioanal Chem.*, **2003**, 375, 574.