

## Di-2-piridil cetona saliciloilhidrazona (DPKSH): um potencial reagente complexante para a extração de íons metálicos em ponto nuvem.

Samara Garcia<sup>1</sup> (PG)\*, Sidnei G. da Silva<sup>2</sup> (PG), Fábio R. P. Rocha<sup>2</sup> (PQ), Ivanise Gaubeur<sup>1</sup> (PQ)  
samara.garcia@ufabc.edu.br

1. Centro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC, CEP 09210-170, Santo André, SP

2. Instituto de Química, Universidade de São Paulo, Av. Prof. Lineu Prestes, 748, 05508-900, São Paulo, SP.

Palavras Chave: DPKSH, ponto nuvem, níquel, pré-concentração.

### Introdução

Os tensoativos, também conhecidos como surfactantes, podem ser utilizados na extração e pré-concentração de analitos, permitindo o desenvolvimento de métodos analíticos limpos. Tensoativos também apresentam capacidade de modificar algumas propriedades reacionais, com consequente melhoria da sensibilidade e/ou seletividade analítica<sup>1</sup>. A di-2-piridil cetona saliciloilhidrazona (DPKSH) forma complexos com íons metálicos, sendo utilizada como reagente cromogênico<sup>2</sup>. No presente trabalho, o DPKSH foi utilizado, pela primeira vez, como reagente complexante de íons níquel na extração em ponto nuvem, e mostrou-se um reagente potencial para esta aplicação, devido à formação de complexos hidrofóbicos com íons metálicos.

### Resultados e Discussão

Os espectros de absorção do DPKSH e do complexo com íons Ni(II) foram obtidos em um espectrofotômetro U-3000 Hitachi em cubetas de quartzo de 1 cm de caminho óptico. O complexo apresentou, em pH 4,7, comprimento de onda de máxima absorção em 385 nm. Na extração do complexo em ponto nuvem, utilizou-se tubos Falcon<sup>®</sup> de 15 mL, onde foram preparadas soluções contendo íons níquel, DPKSH e Triton X-114. Os tubos foram submetidos a aquecimento a 60°C por 10 min para a indução do ponto nuvem e na sequência foram centrifugados por 15 min a 3000 rpm. A solução aquosa residual foi retirada com o auxílio de uma pipeta de Pasteur e a fase rica foi diluída com etanol até 0,5 mL. Para a otimização do método analítico foram avaliadas algumas variáveis tais como: acidez (pH entre 2,5 e 9,5), concentração do tensoativo (2 – 10 mmol L<sup>-1</sup>) e razão metal ligante (1:1 a 1:25). Máxima sensibilidade foi obtida em pH 4,7; 8 mmol L<sup>-1</sup> Triton X-114 e razão metal:ligante de 1:10. Nestas condições, a curva analítica de calibração, Figura 1, obtida por medidas espectrofotométricas em 385 nm pode ser descrita pela equação:  $A = 0,0126 + 0,0157C$  ( $r_2 = 0,998$ ). A Figura 1 apresenta a curva analítica do complexo Ni(II)/DPKSH extraído em ponto nuvem.

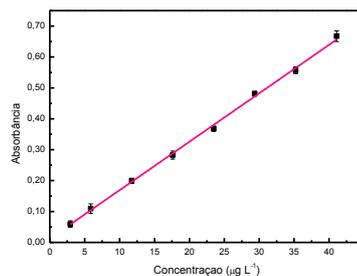


Figura 1. Curva analítica do complexo Ni(II)/DPKSH.

O coeficiente de variação foi calculado a partir dos valores de absorbância de uma solução de Ni(II)  $5 \times 10^{-8}$  mol L<sup>-1</sup> (n=8). Algumas figuras de mérito do procedimento analítico estão apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Figuras de mérito do procedimento analítico.

Faixa linear (µg L <sup>-1</sup> )	5,9 – 41
Limite de detecção (µg L <sup>-1</sup> ), 99,7%	1,3
Coeficiente de variação (%)	1,3
Fator de enriquecimento (FE)	29,3
Consumo de DPKSH (µg/determinação)	380
Consumo de Triton X-114 (mg/determinação)	68

### Conclusões

O DPKSH é um reagente complexante de íons metálicos e seu complexo com Ni(II) foi extraído com sucesso em ponto nuvem. A extração foi quantitativa com um mínimo consumo de reagentes. Nas condições otimizadas, foi obtido um alto fator de enriquecimento, permitindo a aplicação do procedimento desenvolvido na determinação de Ni(II) em amostras que apresentam baixa concentração do analito.

### Agradecimentos

CAPES e FAPESP (2008/09545-1)

<sup>1</sup> Ojeda, C.B. e Rojas, F.S. *Anal. Bioanal. Chem.* **2009**, 394(3), 759.

<sup>2</sup> Gaubeur, I. et al. *Polyhedron* **2004**, 23, 2095.