

Planejamento fatorial aplicado no desenvolvimento de método para preconcentração de Ni(II) em IRA 402 modificada com SPADNS

Rafaela Galbeiro¹ (IC)^{*}, Samara Garcia¹ (PG), Káthia M. Honório (PQ)², Ivanise Gaubeur¹ (PQ)
rafaela.galbeiro@ufabc.edu.br

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

2) Escola de Artes, Ciências e Humanidades, Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil.

Palavras Chave: SPADNS, níquel, pré-concentração, fase sólida, FIA, planejamento fatorial.

Introdução

O sal trissódico do ácido 1,8-dihidróxi-2-(4-sulfufenilazol)-3,6-naftalenodisulfônico (SPADNS) é um reagente complexante, solúvel em água e utilizado na determinação espectrofotométrica de um número significativo de metais¹. Além disso, o SPADNS adsorve em diferentes fases sólidas, tais como a resina Amberlite[®] A-26 e IRA 402². No presente trabalho a resina de troca aniônica Amberlite[®] IRA 402, modificada com o SPADNS, foi usada como fase sólida, acoplado à análise por injeção em fluxo, com o objetivo de otimização e desenvolvimento de um método analítico para determinação espectrofotométrica de íons níquel (II). Utilizou-se o planejamento fatorial para análise dos principais fatores que influenciam a resposta esperada pelo sistema em estudo.

Resultados e Discussão

O sistema em fluxo utilizado está apresentado na Figura 1.

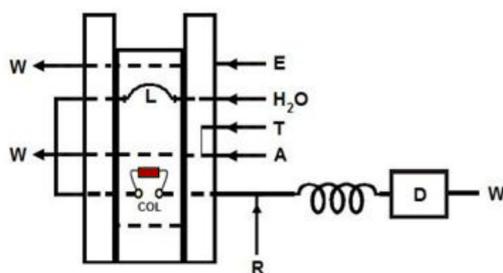


Figura 1. Esquema do sistema em fluxo para pré-concentração de íons Ni(II). A: amostra; T: tampão; E: eluente (HNO₃); R: reagente (SPADNS + tampão pH 7,5 TRIS); Col: coluna preenchida com IRA 402 modificada com SPADNS; D: detector; W: descarte.

Utilizou-se para detecção do complexo Ni(II)/SPADNS um espectrofotômetro Shimadzu 2450 equipado com cubeta de fluxo com caminho óptico de 1 cm e ajustado em 580 nm, comprimento de onda de máxima absorção do complexo. A resina IRA 402 foi modificada através do contato, durante 90 minutos, com solução de SPADNS 4.10⁻⁵ mol L⁻¹ em pH 11. Por meio de um planejamento fatorial² completo, com três repetições no ponto central, foi feita a análise das respostas (absorbância) do

sistema em relação ao valor de pH, tempo de pré-concentração, vazão da amostra e concentração do eluente. A Tabela 1 apresenta os parâmetros considerados no planejamento fatorial.

Tabela 1. Parâmetros avaliados do sistema de análise por injeção em fluxo.

Parâmetro	Nível (-)	Nível (0)	Nível (+)
pH	7,0	7,5	9,0
Tempo de pré-concentração, s	30	60	90
Vazão da amostra, mL min ⁻¹	2,0	4,4	6,4
Eluente (HNO ₃), mol L ⁻¹	0,01	0,05	0,1

Para a realização do planejamento fatorial utilizou-se a planilha de Teófilo e colaboradores² e os principais resultados obtidos foram: (1) a partir dos valores dos efeitos principais pode-se verificar que as variáveis 1 (pH) e 4 (concentração de eluente) apresentam um efeito positivo significativo; (2) pelos cálculos dos efeitos secundários nota-se que o efeito de interação entre as variáveis 3 (vazão da amostra) e 4 (concentração do eluente) apresenta um valor significativo e positivo, indicando que estas variáveis não podem ser interpretadas separadamente, ou seja, ambas variáveis influenciam significativamente a resposta monitorada. Portanto, se o objetivo é maximizar esta resposta, as condições escolhidas deveriam corresponder a um maior valor das variáveis 3 e 4.

Conclusões

A partir dos resultados obtidos utilizando-se o planejamento fatorial foi possível analisar os principais fatores que influenciam a resposta do sistema em estudo (absorbância) e indicar possíveis caminhos para otimizar experimentos futuros.

Agradecimentos

UFABC e FAPESP (2008/09545-1)

¹ Calvo, M., et al. *Microchemical J.* 34 **1986**, 289.

² Teófilo, R.F.; Ferreira, M.M.C.; *Quim. Nova* 29 **2006**, 338.