

Adsorção de UO_2^{2+} em Nanotubos de Carbono: Desenvolvimento de um Sistema em Fluxo para Determinação Espectrofotométrica ao Nível de $\text{sub-}\mu\text{g L}^{-1}$

Ayla Campos do Lago (PG)^{1*}, Mariana Gava Segatelli (PQ)², César Ricardo Teixeira Tarley(PQ)^{1,2*}.
*ctarleyquim@yahoo.com.br

¹ Universidade Federal de Alfenas (Unifal – MG), Departamento de Ciências Exatas, Rua Gabriel Monteiro da Silva, 714, CEP 37130-000, Alfenas – MG

² Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Instituto de Química, Av. João Naves de Ávila, 2121. Campus Santa Mônica - Bloco 3O. CEP 38400-902, Uberlândia – MG.

Palavras Chave: pré-concentração, urânio, nanotubos de carbono.

Introdução

O urânio é um elemento metálico radioativo e, tóxico com efeito lesivo renal. A Organização Mundial da Saúde (WHO) recomenda a concentração máxima de urânio na água potável e água do mar como inferior a $15 \mu\text{g L}^{-1}$ e $1\text{-}3 \mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente. A literatura mostra que técnicas como FAAS, GFAAS e ICP OES apresentam limitação na quantificação de teores da ordem de $\mu\text{g L}^{-1}$. Ainda que ICP-MS, seja adequada para este fim, o alto custo de implementação limita sua aplicação¹. A espectrometria de absorção molecular com Arsenazo III é uma alternativa para determinação de urânio devido à simplicidade e acessibilidade, mesmo com sensibilidade limitada. Assim, etapas de pré-concentração e extração fazem-se necessárias, pois melhoram o limite de detecção analítico e aumentar a sensibilidade em várias ordens de grandeza. Dentre as técnicas de pré-concentração ressalta-se a SPE pela disponibilidade de sorventes e fácil adaptação em sistemas FIA que garantem maior frequência analítica, economia de reagentes, e a redução de resíduos². Um dos materiais adsorventes utilizados como extratores em sistemas FIA são os nanotubos de carbono (NTC) com alta estabilidade química, área superficial, alta capacidade e eficiência na adsorção de metais. Assim, este trabalho baseia-se na adsorção de urânio sobre nanotubos de carbonos modificados com HNO_3 com posterior determinação espectrofotométrica em sistemas de análise em fluxo.

Resultados e Discussão

Para determinação de urânio utilizou-se uma minicoluna preenchida com 30 mg de NTC, previamente oxidado segundo a literatura³. Percolou-se pela coluna 30 mL de uma solução de urânio ($80 \mu\text{g L}^{-1}$) a uma vazão de $7,2 \text{ mL min}^{-1}$ com posterior eluição do analito com $\text{HCl } 0,318 \text{ mol L}^{-1}$. O eluato contendo UO_2^{2+} conflui com Arsenazo III, seguindo para o detector onde a absorbância registrada em 650 nm. A fim de avaliar o efeito dos fatores pertinentes ao sistema foi realizado um planejamento fatorial fracionário 2^{6-2} . Os fatores de estudo escolhidos inicialmente foram: pH da amostra (3,75 a 5,75), concentração do tampão

acetato/ácido acético ($0,0125$ a $0,125 \text{ mol L}^{-1}$), concentração do eluente ($0,5$ a $1,5 \text{ mol L}^{-1}$), tipo de eluente (HCl ou HNO_3), vazão de pré-concentração VP ($3,2$ a $7,2 \text{ mL min}^{-1}$) e concentração do Arsenazo III ($0,01$ a $0,06 \text{ \% m/v}$). A otimização final dos fatores foi realizada usando planejamento Doehlert e metodologia de superfície de resposta. As condições otimizadas foram pH da amostra (3,75), concentração do tampão ($6,80 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$), concentração do Arsenazo III ($0,08 \text{ \% m/v}$), concentração do eluente (HCl) ($0,318 \text{ mol L}^{-1}$) e vazão de pré-concentração ($7,2 \text{ mL min}^{-1}$). O estudo de interferentes foi realizado pré-concentrando 30 mL de uma solução binária contendo $80 \mu\text{g L}^{-1}$ de UO_2^{2+} e o interferente nas seguintes proporções 1:1, 1:10 e 1:10 (m/m). Os íons de estudo foram: Th^{4+} , Mn^{2+} , Ni^{2+} , Co^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , Cd^{2+} , Zn^{2+} , Pb^{2+} , sendo que os dois últimos apresentaram interferência na proporção de 1:10. O reduzido grau de interferência é resultado da pré-concentração de UO_2^{2+} ocorrer em meio ácido, onde os outros íons metálicos não são adsorvidos no NTC. A precisão ($n=10$) foi avaliada para padrões de 10,0 e 100,0 $\mu\text{g L}^{-1}$ rendendo desvios padrão relativos de 3,27 e 2,56%, respectivamente. O método apresentou fator de pré-concentração de 228 vezes e respectivos limites de detecção e quantificação de 0,21 e 0,7 $\mu\text{g L}^{-1}$ sendo aplicado em amostras de água natural e de mar simulada rendendo valores de recuperação de 94,85 a 103,65%.

Conclusões

Os NTCs foram empregados com sucesso na adsorção de UO_2^{2+} , rendendo baixos limites de detecção e quantificação, sendo estes inferiores àqueles observados em técnicas espectrométricas atômicas. O método proposto apresentou características analíticas satisfatórias para o monitoramento de UO_2^{2+} em amostras ambientais de água, em conformidade com os órgãos governamentais, WHO e CONAMA.

Agradecimentos

FAPEMIG, CNPq, CAPES, INCT e UNIFAL-MG.

¹ FERREIRA, H.S. et al. *Microchim. Acta* **2006**, 1541, 63.

² CAMEL, V. *Spectrochim. Acta Part B* **2003**, 58, 1177.

³ BARBOSA, A. F. et al. *Talanta* **2007**, 71, 1512.