Poli(etilenoglicoldimetacrilato-co-vinilimidazol) impresso ionicamente para determinação seletiva de íons cádmio por FAAS

Amanda Braga Teixeira Presotto¹ (IC), Mariana Gava Segatelli (PQ)^{1,2*}, Vivian Silva Santos¹ (IC), César Ricardo Teixeira Tarley^{1,2} (PQ) [*msegatelli@yahoo.com.br](mailto:msegatelli@yahoo.com.br)

¹ Departamento de Ciências Exatas, Universidade Federal de Alfenas (UNIFAL-MG), Alfenas-MG, 37130-000

² Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia (IQ-UFU), Uberlândia-MG, 38400-902

Palavras Chave: cádmio, FAAS, impressão iônica, pré-concentração

Introdução

Materiais quimicamente impressos apresentam ampla variedade de aplicações, incluindo sensores químicos até procedimentos de preparo de amostras utilizando extração em fase sólida [1]. Estes materiais podem ser impressos utilizando moléculas (MIPs) ou íons (IIPs) como moldes. Atualmente, diferentes materiais impressos podem ser obtidos, tais como polímeros orgânicos preparados em “bulk”, suspensão ou precipitação; polímeros híbridos preparados pelo processo sol-gel; polímeros orgânicos sintetizados sobre suportes sólidos e adsorventes impressos bidimensionalmente. Os polímeros orgânicos preparados em “bulk” são os mais empregados em métodos de extração seletiva devido à simplicidade da síntese. Entretanto, eles são majoritariamente utilizados no preparo de MIPs, ao passo que sua utilização na obtenção de IIPs ainda é pouco explorada. Este trabalho consiste na preparação de um polímero impresso ionicamente (IIP) para extração/pré-concentração seletiva de íons Cd^{2+} em soluções aquosas com posterior determinação por FAAS utilizando-se sistema por injeção em fluxo. O polímero foi sintetizado pelo método de polimerização em “bulk”, onde $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ e 1-vinilimidazol correspondem ao template e monômero, respectivamente, sendo a acetonitrila utilizada como solvente. Etilenoglicol dimetacrilato (EGDMA) e 2,2'-azobis-isobutironitrila (AIBN) foram empregados como agente reticulante e iniciador radicalar. Após o término da polimerização, os íons Cd^{2+} foram removidos das cavidades seletivas do polímero utilizando-se HNO_3 1,0 mol L^{-1} . O efeito de impressão foi avaliado realizando-se o mesmo procedimento, porém sem a adição do $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$, sendo este designado polímero sem impressão (NIP). Os polímeros foram caracterizados pelas técnicas de IV, TGA e MEV.

Resultados e Discussão

O sistema de extração/pré-concentração do adsorvente foi otimizado por planejamento fatorial fracionário 2^{5-1} e matriz de Doehlert, onde foram avaliadas as seguintes variáveis: pH, concentração do tampão, vazão de pré-concentração, tipo e concentração do eluente, empregando a eficiência

de sensibilidade como resposta analítica. A partir das condições otimizadas pela pré-concentração de 15 mL de Cd^{2+} com tampão fosfato monobásico 0,02 mol L^{-1} em pH 6,77 na mini-coluna com uma vazão de 5,6 mL min^{-1} , seguido de uma eluição com HNO_3 0,04 mol L^{-1} , obteve-se os limites de detecção e quantificação de 0,11 e 0,38 $\mu\text{g L}^{-1}$ respectivamente. A curva analítica apresentou linearidade satisfatória com $r = 0,993$ dentro da faixa de 1 a 50 $\mu\text{g L}^{-1}$. O fator de pré-concentração (FP), índice de consumo (IC) e eficiência de concentração (EC) foram 38,4; 0,39 mL e 14,3 min^{-1} . A partir dos coeficientes de seletividade do IIP e do NIP utilizando-se misturas binárias de $\text{Cd}^{2+}/\text{Pb}^{2+}$, $\text{Cd}^{2+}/\text{Cu}^{2+}$ e $\text{Cd}^{2+}/\text{Zn}^{2+}$ foram obtidos os coeficientes de seletividade relativos de 157,5; 4,4 e 1,38, demonstrando maior reconhecimento dos sítios do polímero impresso frente aos íons Cd^{2+} . O comportamento da adsorção de Cd^{2+} na presença dos íons Ni^{2+} , Zn^{2+} , Co^{2+} , Pb^{2+} e Cu^{2+} revelou interferência negativa apenas para Ni^{2+} e Zn^{2+} na proporção 1:100 (analito:interferente), revelando uma competição entre o analito e o interferente pelos sítios do IIP. Testes em amostras de água e urina, sem tratamento prévio, demonstraram a exatidão do método com recuperações entre 92 e 110%. A exatidão foi confirmada aplicando-se em material certificado (Tort-2) obtendo-se $23,4 \pm 0,4$ mg kg^{-1} , de acordo com o valor certificado ($26,7 \pm 0,6$ mg kg^{-1}), dentro do intervalo de confiança de 95%.

Conclusões

O IIP constituído de poli(etilenoglicoldimetacrilato-co-vinilimidazol) apresentou um maior reconhecimento dos sítios para íons Cd^{2+} , mesmo na presença de interferentes metálicos, além de um fator de enriquecimento satisfatório.

Agradecimentos

À Unifal-MG, CNPq, CAPES (PNPD) e FAPEMIG.

¹ Tarley, C. R. T.; Satomayor, M. D. P. T. e Kubota, L. T. *Quim. Nova* 2005, 28, 1076.

² Yamazaki, T.; Yilmaz, E.; Mosbach, K. e Sode, K. *Anal. Chim. Acta* 2001, 435, 209.