

Complexação de Cu^{2+} com $[\text{Zn}(\text{dmit})_2]^{2-}$ com Posterior Pré-concentração Por Ponto Nuvem em Meio Micelar

Bruna Fabrin Somera¹(IC), Fernanda Midori de Oliveira¹(IC), Wagner J. Barreto¹(PQ), Sônia R.G. Barreto¹(PQ) e César Ricardo Teixeira Tarley¹(PQ)*

¹ Universidade Estadual de Londrina (UEL – PR), Centro de Ciência Exatas, Departamento de Química, Rodovia Celso Garcia Cid | Pr 445 Km 380 |, CEP 86051-980, Londrina – PR.

*tarley@uel.br

Palavras Chave: cobre, extração por ponto nuvem, FAAS, DMIT

Introdução

Métodos de pré-concentração são comumente requeridos em etapas de preparo de amostra visando à determinação de íons metálicos em baixas concentrações ($\leq \mu\text{g L}^{-1}$). Extração em fase sólida, por ponto nuvem (EPN) e micro-extração líquido-líquido dispersiva são algumas modalidades bastante utilizadas para este fim. O emprego de ambientes micelares (acima da concentração micelar crítica), na presença de agentes complexantes e sob determinada condição de temperatura e força iônica caracteriza a pré-concentração por ponto nuvem. A EPN possui algumas vantagens sobre as demais, incluindo simplicidade e uso de surfactantes biodegradáveis em substituição aos solventes orgânicos tóxicos. No presente trabalho, foi avaliado o desempenho do complexo aniônico $[\text{NBu}_4]_2[\text{Zn}(1,3\text{-dithiol-2-tione-4,5-dithiolate})_2]$ (Figura 1) na complexação de íons Cu^{2+} com posterior pré-concentração em meio micelar e determinação por FAAS. O referido complexo aniônico tem sido aplicado com sucesso em medidas espectrofotométricas visando à determinação de Hg^{2+} , Pb^{2+} e Cu^{2+} , porém em meio de solventes orgânicos.¹

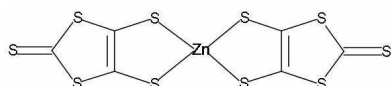


Figura 1. Complexo aniônico $[\text{Zn}(\text{dmit})_2]^{2-}$.

Resultados e Discussão

$[\text{NBu}_4]_2[\text{Zn}(1,3\text{-dithiol-2-tione-4,5-dithiolate})_2]$ ou $[\text{Zn}(\text{dmit})_2]^{2-}$ reage de maneira peculiar com metais de transição e a reação é representada pela troca do zinco por outro metal de transição.¹ Para avaliar os efeitos dos fatores envolvidos na pré-concentração de 12 mL de Cu^{2+} $100 \mu\text{g L}^{-1}$ foi utilizado um planejamento fatorial completo 2^4 onde os fatores estudados em seus níveis foram: concentração do complexo aniônico [$3,15 \times 10^{-6}$ – $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$]; concentração do surfactante TRITON X - 114 [0,01 – 0,1% (v/v)]; pH [2,0 – 6,5] e tempo do banho [5 – 20 min]. A temperatura do banho foi mantida em 50 °C de acordo com dados da literatura.¹ Dentro do domínio experimental, o

fator pH não influenciou no desempenho da pré-concentração, evidenciando a robustez do método. Estudos realizados em paralelo em pH 9,0 também não mostram diferenças nos resultados da pré-concentração. Os resultados são um tanto quanto esperados, tendo em vista a forte interação de átomos de enxofre com íons Cu^{2+} , de acordo com a definição ácido-base de Pearson. Assim sendo, o pH foi fixado em 2,0 (tampão HCl/KCl), uma vez que minimiza a adição de álcalis em amostras previamente decompostas em meio ácido. Além disso, a presença de sais ao meio contribui para a formação das micelas. A concentração do complexo aniônico foi fixada em $1,0 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$, suficiente para garantir a complexação quantitativa de Cu^{2+} , enquanto o tempo do banho foi de 5 minutos. O efeito do TRITON X – 114 foi posteriormente otimizado de maneira univariada [0,03 a 0,5% (v/v)], onde a melhor resposta analítica foi obtida em 0,05% (v/v). Após a otimização do método, construiu-se uma curva analítica que compreende uma faixa linear de 5 a $500 \mu\text{g L}^{-1}$ ($r = 0,9973$), apresentando um fator de pré-concentração de 17 vezes. Os limites de detecção e quantificação foram de 1,52 e $5,07 \mu\text{g L}^{-1}$ respectivamente. Íons metálicos Mg^{2+} , Ca^{2+} e Ba^{2+} não promoveram interferências na pré-concentração de Cu^{2+} (proporção 1:10, analito:interferente).

Conclusões

Considerando os resultados até aqui estudados, o presente trabalho mostra-se promissor, visto que os únicos trabalhos utilizando $[\text{Zn}(\text{dmit})_2]^{2-}$ em propostas analíticas são baseados em extrações com solventes orgânicos e com elevado tempo de análise. Ainda, o método proposto possui frequência analítica maior que outros envolvendo EPN. Estudos relativos à aplicação do método visando à determinação de Cu^{2+} em amostras alimentícias e ambientais estão em andamento.

Agradecimentos

Fundação Araucária, CAPES, CNPq e INCTBio.

¹Barreto, W.J. et al.; Analytical Sciences. v.21, p. 549-550, 2005