

Determinação de nitrato por cádmio depositado sobre coluna de zinco granulado

Jeane M. C. Machado¹ (PG)*, Felipe G. Andrino¹ (PG), Lenita M. C. P. E. Oliveira¹ (TC), Marcos Y. Kamogawa¹ (PQ).

* e-mail: jeane_maria@yahoo.com.br

¹Departamento de Ciências Exatas, Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, CP 9, CEP 13418-900, Piracicaba - SP, Brasil.

Palavras-Chave: Griess, nitrato, FIA

Introdução

A redução do nitrato a nitrito com coluna de cádmio metálico e posterior reação com sulfanilamida e N-(1-naftil)etilenodiamina (reação de Griess) é um procedimento comum na quantificação de nitrato em águas naturais. Além de possuir como vantagem alta sensibilidade, esta reação em sistemas de análise em fluxo tem grande destaque uma vez que reduz os volumes de amostras e reagentes minimizando a geração de resíduos. O objetivo deste trabalho é avaliar o uso de filmes de cádmio depositados sobre coluna de zinco granulado na redução de nitrato a nitrito em amostras de águas naturais utilizando sistema de análise por injeção em fluxo (FIA). A proposta visa um procedimento alternativo à coluna de cádmio metálico comumente utilizado para este propósito. O sistema proposto, ao invés de utilizar cádmio metálico, geralmente encontrado em barras ou grânulos, gera cádmio esponjoso em linha utilizando zinco para sua adsorção. O zinco possui vantagem por ser um metal menos tóxico em relação ao cádmio, diminuindo a periculosidade envolvida na análise em questão.

Materiais e Métodos

O sistema FIA, Figura 1, foi utilizado na determinação de nitrato em água. Para tanto, utilizou-se como reagentes solução contendo ácido clorídrico, sulfanilamida e brij-35; e solução de N-(1-naftil)etilenodiamina.

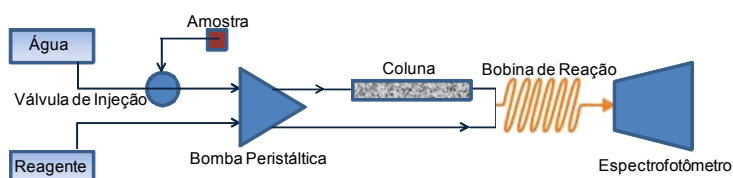
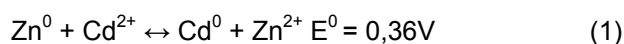


Figura 1. Sistema de análise em fluxo utilizado na determinação de nitrato em água.

Passou-se numa coluna de 10 cm preenchida com zinco, uma solução de HCl 1,0 mol L⁻¹ para exposição da sua superfície e uma solução de 1000 mg L⁻¹ de CdSO₄ para a formação do cádmio esponjoso sobre o zinco.

Em seguida, passou-se solução de CuSO₄ 0,1 mol L⁻¹ para aumentar a eficiência de oxi-redução. Diferentes concentrações de nitrato em água foram analisadas para a determinação da curva de calibração. Avaliou-se também a concentração acumulada de cádmio na coluna através do FAAS. A equação 1 elucida a reação para a formação do cádmio esponjoso.



Resultados e Discussão

Uma prévia avaliação da adsorção de Cd sobre o Zn, demonstrou que soluções com concentrações inferiores a 240 mg L⁻¹ são suficientes para deposição do cádmio. A redução do nitrato a nitrito é eficiente podendo ser evidenciada pela equação linear da curva de calibração, $y = 0,025x - 0,094$ ($R^2 = 0,994$). As figuras de mérito avaliadas compreendem: limite de detecção 0,09 mg L⁻¹; faixa linear de 0 a 200 mg L⁻¹; limite de quantificação 0,31 mg L⁻¹; RSD 1,72% e frequência analítica de 72 amostras/h. O limite de detecção obtido através do sistema proposto é similar ao encontrado na revisão feita por Moorcroft (2001), com valor médio de 0,06 mg L⁻¹, que retrata a detecção e determinação de nitrato e nitrito.

Conclusões

O procedimento proposto é uma alternativa de redução no uso de cádmio metálico e na geração de resíduos deste metal, conferindo como principais vantagens a simples e rápida recuperação da coluna de zinco para análises posteriores e a diminuição da periculosidade envolvida por se tratar de um metal menos tóxico.

Agradecimentos

À FAPESP (09/06494-0) pelos auxílios e bolsas concedidos.

Moorcroft, M. J.; Davis, J.; Compton R. G. *Talanta*. **2001**, 54, 785-803.