

Método Analítico Baseado na Pré-concentração *on-line* de Pb^{2+} Utilizando Nanotubo de Carbono Funcionalizado com 3-Mercaptopropil trimetoxisilano

Bruna Fabrin Somera ¹ (IC), Marcela Zanetti Corazza ¹ (PG), César R. Teixeira Tarley ^{1,2} (PQ)*.

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química, Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445 Km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. * ctarley@yahoo.com.br

²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP.

Palavras Chave: chumbo, extração em fase sólida, FAAS, nanotubo de carbono.

Introdução

A extração em fase sólida é uma técnica muito utilizada na pré-concentração de elementos traço, conhecida pela simplicidade na automação e vantagens sobre as demais, como alto fator de enriquecimento e rapidez. Para satisfazer tais características buscam-se sorventes de elevada área superficial, alta capacidade de sorção, estabilidade química, seletividade, baixa resistência a passagem de fluidos e boa capacidade de regeneração.¹ Nos últimos anos, os nanotubos de carbono (NTC) têm despertado a atenção para este fim e muitos trabalhos relatam sua eficiência na pré-concentração de íons metálicos e substâncias orgânicas poluentes, sendo sua alta área superficial e excelente estabilidade química, mecânica e térmica, atrativas para a extração em fase sólida.² A fim de minimizar algumas restrições dos NTCs, tais como caráter hidrofóbico e baixa reatividade, estudos tem sido desenvolvidos visando a modificação da superfície destes materiais com conseqüente formação de grupos funcionais.³ O presente trabalho propõe o uso de NTC funcionalizado com 3-mercaptopropil trimetoxisilano (3-MPT) como extrator de íons Pb^{2+} em um sistema de pré-concentração *on-line*. O precursor 3-MPT possui em sua estrutura átomos de enxofre, os quais são considerados ácidos moles, de acordo com a Teoria ácido-base de Pearson⁴. Assim, como os íons Pb^{2+} possuem propriedades de ácido mole, espera-se, com a modificação, melhorar as propriedades dos NTC, sobretudo no tocante à capacidade adsorviva e seletividade.

Resultados e Discussão

A modificação do NTC com 3-MPT foi realizada de acordo com a literatura, com pequenas modificações.⁵ Os espectros de FT-IR do NTC modificado com 3-MPT e do NTC apenas oxidado, bem como as imagens de espectroscopia de energia dispersiva (EDS), confirmaram a modificação na superfície do NTC e dispersão homogênea de enxofre pelo material. O método analítico foi baseado na pré-concentração de 20 mL de solução de Pb^{2+} em uma mini-coluna de NTC-3-MPT (70 mg). Os fatores e níveis relativos ao sistema de pré-concentração estudados por meio de um planejamento fatorial 2³ foram: pH (4-7), concentração do tampão (0,01-0,1 mol L⁻¹), concentração do eluente (HCl) (0,08-0,7 mol L⁻¹) e vazão de pré-concentração (5-8 mL min⁻¹).

Os efeitos e suas interações foram analisados pelo Diagrama de Pareto, sendo todos os fatores significativos. No entanto, a vazão de pré-concentração foi fixada em 5 mL min⁻¹, concordando com a avaliação estatística onde a diminuição da vazão promove um aumento no sinal analítico, mantendo assim uma boa frequência analítica e evitando vazamentos na coluna. A concentração do tampão, concentração do eluente e o pH foram posteriormente otimizados por meio da matriz de Doehlert. Considerando que o modelo quadrático não apresentou falta de ajuste (95% de confiança), foram construídas superfícies de resposta que apontaram os seguintes valores de ótimo: pH 4,5 (tampão acetato), concentração do tampão de 0,0085 mol L⁻¹ e concentração do eluente de 0,85 mol L⁻¹. Após a otimização do método construiu-se uma curva analítica de 5 a 130 µg L⁻¹ (r= 0,999), apresentando um fator de pré-concentração de 31 vezes, um limite de detecção de 1,71 µg L⁻¹ e limite de quantificação de 5,71 µg L⁻¹. A repetibilidade avaliada em termos do desvio padrão relativo pela determinação de 10 réplicas foi de 1,96 e 4,16% para concentrações de 100 e 20 µg L⁻¹, respectivamente. A presença de íons metálicos concomitantes – As³⁺, Co²⁺, Cu²⁺, Sb³⁺, Se⁴⁺, Cd²⁺, Fe³⁺, Ni²⁺ – na proporção de 1:1 e 1:10 (analito:interferente) não interferiram na pré-concentração de 50 µg L⁻¹ de Pb^{2+} . Mg²⁺ e Ca²⁺ também não promoveram interferência na pré-concentração na proporção 1:500.

Conclusões

O método proposto mostra-se vantajoso, uma vez que a sensibilidade para determinação de Pb^{2+} utilizando NTC-3-MPT foi amplificada em 100% quando comparada com uso de NTC oxidado.

Agradecimentos

FAEPE-UEL, CNPq, Fundação Araucária, CAPES e INCT-Bioanalítica.

¹ Qiaojuan Gong, *Desalination*, **2011**, 278, 65.

² Xie F, Lin X, Wu X, Xie Z, *Talanta*, **2008**, 74, 836.

³ Salam, M.A. et al, *Anal. Bio. Chem.*, **2008**, 390, 2159

⁴ Ralph, G.P.; *J. Am. Chem. Soc.* **1963**, 85, 3533.

⁵ Velasco-Santos et al. *Nanotechnology*, **2002**, 13, 495.