

## Desempenho analítico de um método de pré-concentração por ponto nuvem de íons $Pb^{2+}$ explorando a formação de complexos com o ligante [4,5-Dimercapto-1,3-Ditiol-2-tionato]

Naiara V. Godoy<sup>1</sup>(IC), Bruna Fabrin Somera<sup>1</sup>(IC), Wagner J. Barreto<sup>1</sup>(PQ), Sônia R. G. Barreto<sup>1</sup>(PQ), César Ricardo Teixeira Tarley<sup>1,2</sup>(PQ)\*

<sup>1</sup>Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas, Rodovia Celso Garcia Cid, PR 445, km 380, CEP 86050-482, Londrina – PR. \*ctarley@yahoo.com.br

<sup>2</sup>Instituto 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 por ponto nuvem, DMIT, FAAS.

### Introdução

A presença de íons metálicos em baixas concentrações ( $\leq \mu\text{g L}^{-1}$ ) em amostras ambientais e biológicas promove a necessidade da utilização de métodos de pré-concentração nas etapas de preparo de amostras. A pré-concentração por ponto nuvem se caracteriza pelo emprego de ambientes micelares (acima da concentração micelar crítica) e agentes complexantes sob determinada condição de força iônica e temperatura. Apesar dos grandes progressos alcançados no desenvolvimento de métodos analíticos de pré-concentração, estudos de novos ligantes são imprescindíveis para obtenção de métodos com maior seletividade, sensibilidade, robustez e que possam ser aplicados em matrizes com diferentes composições. No presente trabalho é avaliado o desempenho do ligante [4,5-dimercapto-1,3-ditiol-2-tionato] (DMIT) na complexação de íons chumbo em meio micelar com consequente pré-concentração no ponto nuvem. O uso do referido ligante tem sido pouco explorado em propostas analíticas, onde as aplicações analíticas se resumem a complexação de  $Hg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  e  $Pb^{2+}$  em solvente orgânico, tal como dimetilsulfóxido, e determinação por espectrofotométrica na região visível<sup>1</sup>.

### Resultados e Discussão

O complexo aniônico  $[NBu_4]_2[Zn(4,5\text{-dimercapto-1,3-ditiol-2-tionato})_2]$  ou  $[Zn(dmit)_2]^{2-}$  reage com metais de transição havendo a troca do zinco pelo metal requerido<sup>1</sup>. A pré-concentração foi realizada com volume de 12 mL de  $Pb^{2+}$   $200 \mu\text{g L}^{-1}$ . Os parâmetros estudados foram: pH (1,0 a 8,0), tempo do banho (5 a 35 min.), concentração do surfactante Triton X-114 (0,01 a 1%, v/v), concentração do tampão (0,003 a  $0,12 \text{ mol L}^{-1}$ ), concentração do complexo aniônico ( $1,0 \times 10^{-6}$  a  $1 \times 10^{-4} \text{ mol L}^{-1}$ ) e a temperatura do banho (30 a  $80^\circ\text{C}$ ). O tempo do banho não apresentou diferença na pré-concentração no intervalo de 15 a 35 min., sendo adotado o menor tempo com finalidade de aumentar a frequência analítica, enquanto que a temperatura de  $70^\circ\text{C}$  apresentou os melhores sinais analíticos. A concentração do tampão de  $0,003 \text{ mol L}^{-1}$  foi escolhida devido ao melhor sinal analítico e o pH não apresentou influência na eficiência da pré-

concentração, evidenciando a robustez do método, sendo escolhido pH 5,0 (tampão acetato) de modo a reduzir a adição de álcalis em amostras previamente decompostas em meio ácido. A concentração de  $[Zn(dmit)_2]^{2-}$  escolhida foi de  $1 \times 10^{-5} \text{ mol L}^{-1}$  – suficiente para complexar quantitativamente os íons  $Pb^{2+}$  – e a concentração de Triton X-114 que apresentou melhor sinal analítico foi de 0,1%(v/v). Devido ao fato de baixas concentrações de sais auxiliarem na formação do ponto nuvem, estudou-se a adição de NaCl no meio micelar (0,01 a 5 %, m/v), sendo escolhida a concentração de 0,5% (m/v). Após a otimização do método, construiu-se uma curva analítica que compreende uma faixa linear de 0 a  $600 \mu\text{g L}^{-1}$  ( $r = 0,99945$ ), apresentando um fator de enriquecimento de 16 vezes. Os limites de detecção e quantificação foram de 2,8 e  $11,6 \mu\text{g L}^{-1}$ , respectivamente. Os íons metálicos  $Ca^{2+}$  e  $Mg^{2+}$  não promoveram interferência na pré-concentração de  $Pb^{2+}$  na proporção de 1:50 e 1:100 (analito:interferente), assim como os íons  $Cu^{2+}$ , antimônio,  $As^{3+}$  e selênio na proporção 1:1. O método foi aplicado em amostra de efluente de fábrica de bateria, encontrando-se uma concentração de  $0,0186 \pm 0,0018 \text{ mg L}^{-1}$ , com fator de recuperação igual a 108,22%. A concentração de chumbo encontrada está de acordo com os padrões de lançamento de efluente segundo a Resolução CONAMA n° 430/2011, que apresenta  $0,5 \text{ mg L}^{-1}$  como sendo o valor máximo permitido de concentração de chumbo<sup>2</sup>.

### Conclusões

Os dados até aqui estudados mostram a ampliação das potencialidades do ligante DMIT em propostas analíticas, constatando que novos métodos podem ser concebidos, visando melhorias na sensibilidade e seletividade do procedimento analítico.

### Agradecimentos

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

<sup>1</sup> Barreto, Wagner J.; et. al. *Analytical Sciences*, v. 21, p. 549-550, 2005.

<sup>2</sup> Resolução n° 430/2011/ Ministério do Meio Ambiente, Conselho Nacional do Meio Ambiente.