

Otimização de novo método para determinação de compostos reduzidos de enxofre no ar utilizando composto de Paládio fluorescente

João Flávio da S. Petrucci (PG)*, Arnaldo Alves Cardoso (PQ)

*jfpetrucci@gmail.com

Instituto de Química de Araraquara, Dep. de Química Analítica – UNESP. CP 355. CEP 14800-105 – Araraquara/SP.

Palavras Chave: sulfetos, fluorescência, síntese, paládio

Palavras Chave: sulfeto de hidrogênio, paládio, fluorescência

Introdução

Compostos reduzidos de enxofre (CRE) são encontrados naturalmente no ambiente e podem ser produzidos sob condições anaeróbias em processos industriais.

O sulfeto de hidrogênio (H_2S) é o CRE mais comum e pode ser emitido para a atmosfera por esgotos não tratados e durante a extração de petróleo e gás natural. Devido a sua alta toxicidade e efeitos no ambiente, ele deve ser constantemente monitorado. Os principais métodos para determinação desse composto em matrizes gasosas envolve uma etapa de preconcentração feito em soluções absorvedoras, como o $Cd(OH)_2$, e posterior determinação do sulfeto pelo método do azul de metileno ou utilizando Acetato de Fluoresceína-Mercúrio (AFM).

Esse trabalho propõe uma alternativa na determinação de H_2S , utilizando uma solução coletora de bis (2-aminobenzóico) paládio (II) (PdA_2) e utilizar o produto da reação da solução de coleta como sinal analítico (fluorescência) para determinar o sulfeto

Resultados e Discussão

O sistema desenvolvido para a geração do padrão gasoso de H_2S está apresentado na figura 1. O ar comprimido foi purificado através de colunas de 30 mm X 40 cm, contendo carvão ativado e iodeto de potássio (2 e 3). Após essa etapa de purificação, o ar foi levado à câmara contendo o tubo de permeação (TP) de H_2S , com taxa de permeação certificada de 102 ng/min (VICI Metronics, Santa Clara, CA) (5) dentro de um banho termostatzado com temperatura controlada de $30,0 \pm 0,1^\circ C$ (8). O amostrador foi montado no fim da linha de geração do padrão gasoso.

Para construção do amostrador foram utilizadas partes de amostrador comercial para partículas (Millipore®), cilíndrico, com 33 mm de altura e 19 mm de raio interno. Para a superfície reacional foram utilizados papéis de filtro de celulose circulares (Whatman® Nº 41), com raio igual ao raio interno do amostrador. A superfície reacional foi impregnada com 100 μL de uma solução metanólica de PdA_2 de

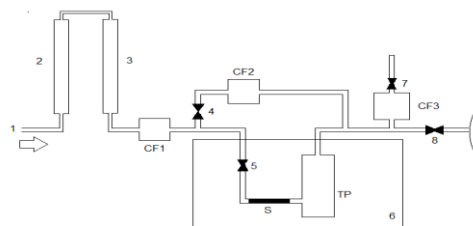


Figura 1: Sistema de geração de atmosfera padrão com diferentes concentrações de H_2S : 1 – Entrada de ar comprimido, 2 e 3 – Colunas de purificação de ar, 4 – Fluxo de diluição, 5 – Fluxo de permeação, S – Serpentina, TP – Tubo de permeação, 6 – Banho termostatzado, 7 – Fluxo de descarte, 8 – Fluxo de amostragem, CF – Controladores de fluxo.

concentração 520 mg/L e 100 μL de etilenoglicol. Após o período de amostragem, alíquotas de água foram adicionadas a superfície reacional, coletadas em balão volumétrico de 10,0 mL e mediram-se as intensidades de fluorescência ($\lambda_{EX} = 245$ e $\lambda_{EM} = 410$ nm) e comparou-se com o valor do branco. No procedimento de otimização do método, para vazões de amostragem entre 0,1 a 1,0 L/min determinou-se que a vazão ótima como 0,8 L/min. A curva de calibração do método foi obtida para concentrações entre 10-100 ppbv. A relação entre intensidade de fluorescência e concentração mostrou-se linear expressa por $IF = 2,99 + 0,53 [H_2S]$. O limite de detecção foi de 5 ppbv para vazão de amostragem de 0,8 L/min e tempo de amostragem de 120 minutos.

Conclusões

Foi desenvolvido um novo método analítico para determinação de H_2S em matrizes gasosas utilizando papel de filtro impregnado com reagente PdA_2 . A reação produz um composto fluorescente na razão estequiométrica de 1 H_2S para 2 A (espécie fluorescente). O método possui a vantagem de não utilizar metais como cádmio e mercúrio utilizado na determinação usual de compostos reduzidos de enxofre

Agradecimentos

A CAPES e ao IQ-UNESP/Car