

Micro-extração de molibdênio por emulsão em gota orgânica solidificada e determinação por FAAS

Jenny A. Oviedo* (PG), Lucimar L. Fialho (PQ), Joaquim A. Nóbrega (PQ)

Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos

*e-mail: jaoviedo86@hotmail.com

Rodovia Washington Luís, km 235 - SP-310 São Carlos - São Paulo - Brasil. CEP 13565-905

Palavras Chave: molibdênio, pré-concentração, espectrometria absorção atômica.

Introdução

Molibdênio é um elemento traço essencial para plantas e animais, incluindo humanos. O desenvolvimento de métodos analíticos simples e sensíveis para a determinação desse elemento ainda é necessário. Devido aos efeitos de matriz e à baixa sensibilidade, geralmente etapas de separação e pré-concentração são requeridas antes de medidas analíticas usando espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS).

Recentemente foi proposto um método de micro-extração líquido-líquido para a determinação de espécies inorgânicas denominado micro-extração com gota orgânica solidificada.^{1,2} Nesse método, um pequeno volume de um solvente orgânico com ponto de fusão próximo à temperatura ambiente é adicionado à solução aquosa. A amostra é agitada com uso de vórtex e depois transferida para um banho de gelo visando a solidificação e separação do solvente orgânico. Após fusão à temperatura ambiente, a solução é empregada para a determinação do analito. O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito do solvente, volume do solvente e tempo de agitação sobre a sensibilidade na determinação de molibdênio por FAAS.

Resultados e Discussão

As determinações de Mo foram feitas utilizando-se um espectrômetro de absorção atômica (Varian AA240, Metuchen, Austrália) com chama óxido nitroso-acetileno e como fonte de radiação uma lâmpada de cátodo de Mo. Previamente ao processo de micro-extração foram otimizadas as condições de complexação de Mo com 8-hidroxiquinolina (8-HQ). Uma concentração de 0,5 % (m/v) de 8-HQ, pH 4,75 ajustado com tampão acetato e um tempo de complexação de 10 min foram suficientes para garantir a formação do complexo.

Os resultados da otimização do processo de micro-extração são apresentados na Tabela 1. A condição 1 atingiu o maior sinal e foi escolhida como a condição ótima de extração para a determinação de Mo por FAAS.

35ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

Tabela 1. Condições de micro-extração assistida por vórtex em soluções padrão contendo 1,5 mg/L de Mo.

Teste	Solvente	V/ μL	t/ min	A _{média} n=3	RSD (%)
1	1-undecanol	60	2	0,550	12,1
2	1-dodecanol	60	2	0,338	10,1
3	1-undecanol	90	2	0,225	12,3
4	1-dodecanol	90	2	0,517	14,6
5	1-undecanol	60	4	0,518	1,4
6	1-dodecanol	60	4	0,258	8,6
7	1-undecanol	90	4	0,198	8,0
8	1-dodecanol	90	4	0,511	14,1

A partir das curvas de calibração com soluções em meio ácido e aplicando o método proposto, foi calculado pela relação entre os coeficientes angulares um fator de enriquecimento máximo de 67 observando-se um aumento significativo na sensibilidade. O limite de detecção atingido foi de 5 μg/L.

Conclusões

O método proposto foi eficiente e sensível na determinação de molibdênio e será aplicado para a determinação de molibdênio em materiais biológicos.

Agradecimentos

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e ao Programa de Pós-Graduação em Química (UFSCar) pelas bolsas concedidas, à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior.

¹ Khalili-Zanjani M.R.; Yamini Y.; Shariati S.; Jönsson J. *Anal. Chim. Acta.* **2007**, 585, 286.

² Dadfarnia S.; Salmanzadeh A.M.; Haji-Shabani A.M. *Anal. Chim. Acta.* **2008**, 623, 163.