

Uso da pré-concentração por ponto nuvem para determinação de molibdênio em solos

Amanda M. D. de Jesus* (PG), Edenír R. Pereira Filho (PQ)

*e-mail: amanda.ufs@hotmail.com

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

Palavras Chave: *Ponto Nuvem, Molibdênio, FAAS*

Introdução

O método de extração e pré-concentração por ponto nuvem se destaca por sua simplicidade, eficiência, baixo custo, emprego de reagentes menos tóxicos com a produção de baixos volumes de resíduos, podendo ser uma alternativa para melhorar a sensibilidade de técnicas analíticas bastante difundidas como a espectrometria de absorção atômica com chama (FAAS)¹. A FAAS apresenta algumas limitações em relação a interferências da matriz e a baixa sensibilidade, principalmente na determinação de elementos refratários como o molibdênio. No entanto diversas variáveis podem influenciar na eficiência do procedimento de pré-concentração por ponto nuvem. Neste contexto, o objetivo desse trabalho foi a otimização de um método de pré-concentração em ponto nuvem para a determinação de molibdênio. Este método será aplicado em amostras de solos.

Resultados e Discussão

Um planejamento fatorial 2⁴ foi utilizado com o intuito de otimizar variáveis como o tipo de agente complexante (8-HQ, 8-Hidroquinolina e PAN, 1 - (2-piridilazo) - 2-naftol), a concentração e o volume desses complexantes além do volume do agente surfactante (Triton X-114). A Tabela 1 apresenta as condições otimizadas empregadas na pré-concentração por ponto nuvem.

Tabela 1. Melhores condições para a pré-concentração em Ponto Nuvem.

Variáveis	
Vol. de solução	10 mL
Vol. de tampão acetato	1 mL
Vol. de 8-HQ [0,5%]	0,5 mL
Tempo de complexação	10 min
Vol. de Triton X-114 [5%]	0,5 mL
Tempo de aquecimento	20 min a 45°C
Centrifugação	10 min a 3500 rpm
Diluição com etanol	200 µL

O melhor agente complexante foi o 8-HQ por ser um reagente seletivo para extração de molibdênio tanto em água como em solo^{2,3}. A partir dessas melhores condições foi realizado um estudo da etapa de diluição da fase rica. Com esse estudo o fator de

pré-concentração chegou a aproximadamente 33 vezes. A partir de então foi realizadas curvas de calibração com e sem o método do ponto nuvem (Figura 1).

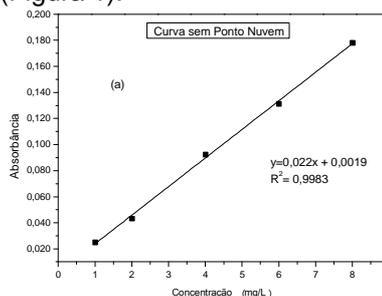


Figura 1a. Curvas de calibração sem ponto nuvem.

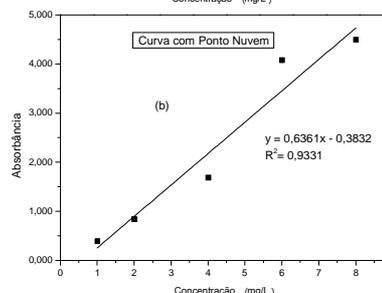


Figura 1b. Curvas de calibração com ponto nuvem.

Os parâmetros de qualidade do método proposto foram avaliados por meio do cálculo dos limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) definidos como: $LOD = 3\sigma/s$ e $LOQ = 10\sigma/s$, onde s é o coeficiente angular (sensibilidade) das curvas analíticas, e σ é o desvio padrão de 10 medidas consecutivas do branco. Os limites de detecção e quantificação alcançados com o método do ponto nuvem foram de 0,017 e 0,057 mg/L, respectivamente. Com as duas curvas analíticas de calibração, sem e com ponto nuvem, foi possível determinar o fator de pré-concentração real, cerca de 30 vezes.

Conclusões

Com a utilização do método de ponto nuvem foi possível a obtenção de baixos limites de detecção e quantificação, boa linearidade e um alto fator de pré-concentração na determinação de molibdênio em FAAS.

Agradecimentos

CAPES, CNPq e FAPESP

¹Bezerra, M. A., Ferreira, S. L. C., Extração em ponto nuvem: princípios em química analítica. Vitória da Conquista: Ed. Edições Uesb, 2006.

²Sun, Y-C. et al., *Talanta*, Vol. 52, 417-424, 2000.

³Girousi, S.T. et al., *Microchimica Acta*, Vol. 136, 223-226, 2001.