

Desenvolvimento de Método UV-VIS Para Determinação de Ni em Águas Naturais após EPN Empregando 5-Br-PADAP e Triton X-114.

Daniela C. Simião^{1*} (IC), Letícia C. Silva¹ (IC), Frank P. de Andrade¹ (PQ).

¹ Universidade Federal de São João Del-Rei, Campus Centro Oeste Dona Lindu, Av. Sebastião Gonçalves Coelho, 400, Chanadour, 35501-296, Divinópolis, MG, Brasil. *e-mail: danielacaroline95@gmail.com

Palavras Chave: Águas Naturais, Ni, UV-VIS, CPE

Introdução

O Níquel, que está amplamente distribuído no meio ambiente, é um metal essencial para plantas e animais, mas apresenta elevada toxicidade para humanos.¹ Assim, sua determinação em amostras de elevado consumo humano, como águas naturais, é de grande relevância. Dentre as técnicas espectroscópicas comumente empregadas na determinação deste elemento, a espectrofotometria UV-VIS é a que apresenta menor custo de aquisição e manutenção, bem como maior facilidade operacional.² Esta técnica, porém, não apresenta limites de quantificação suficientemente baixos para se aplicar em matrizes como águas naturais, cujos teores de Ni encontram-se muito baixos. Assim, faz-se necessários procedimentos de Pré-concentração, como Extração por Ponto Nuvem (CPE).

Nesse contexto, o objetivo do trabalho foi o desenvolvimento de um método de CPE, empregando o Br-PADAP como agente complexante e o surfactante Triton X-114 para posterior determinação de Ni em águas naturais por espectrofotometria UV-VIS.

Resultados e Discussão

O complexo formado pelo Ni com 2-(5-Bromo-2-piridilazo)-5-dietilaminofenol (5-Br-PADAP) possui uma estequiometria de 1 : 2 e apresenta $\lambda_{\text{máximo}} = 558$ nm em soluções de pH = 5,25. Neste sentido, o método de pré-concentração desenvolvido consiste na adição de quantidade estequiométrica do agente complexante (5-Br-PADAP), em solução contendo Ni²⁺ em pH 5,25 e posterior adição do surfactante não iônico (Triton X-114) cuja concentração final na solução é de 0,3% m v⁻¹. Cabe ressaltar que o tampão empregado é de CH₃COOH/CH₃COONa.

Este método foi validado de acordo com o guia do INMETRO de 2011,³ cujos parâmetros de mérito avaliados foram: Linearidade, Limites de detecção (LD) e de Quantificação (LQ), Precisão e Acuracidade.

Para avaliação da linearidade as curvas analíticas foram preparadas em cinco níveis de concentrações

37^ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

igualmente espaçados e foi aplicado o Método dos Mínimos Quadrados Ordinários (MMQO) que apresentou uma faixa linear de 0,02 a 0,14 µg mL⁻¹. Após verificação das premissas do modelo (outliers, normalidade, independência e homoscedasticidade), a equação de regressão foi: $ABS = 12,36 [Ni^{2+}] - 0,1353$ ($R^2 = 0,9932$).

Os limites de detecção e quantificação foram estimados a partir da leitura de 10 brancos analíticos independentes, onde se obteve LD = 0,004 µg mL⁻¹ e o LQ = 0,019 µg mL⁻¹. Observa-se que o método desenvolvido apresenta sensibilidade suficientemente alta para a determinação de Ni²⁺ em amostras de águas naturais, considerando o valor máximo de 0,025 µg mL⁻¹, preconizados pela resolução CONAMA de 2005.

Adicionalmente, o método apresenta elevada precisão e acuracidade, podendo ser assim, empregado na determinação espectrofotométrica de Ni²⁺ em águas naturais.

Conclusões

O método desenvolvido apresentou boa precisão e acuracidade, além de limites de quantificação suficientemente baixos, que permitem a quantificação de níquel presente em baixas concentrações em amostras de águas naturais, por uma técnica bem estabelecida, de fácil operação e viável: espectrofotometria UV-VIS.

Agradecimentos

Os autores são gratos à Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais – FAPEMIG.

¹ ABDOLMOHAMMAD-ZADEH, H.; EBRAHIMZADEH, E. Ligandless cloud point extraction for trace nickel determination in water samples by flame atomic absorption spectrometry. *Jornal da Sociedade Brasileira de Química*, São Paulo, 2011.

² SOZGEN, K.; TUTEM, E. Second derivative spectrophotometric method for simultaneous determination of cobalt, nickel and iron using 2-(5-bromo-2-pyridylazo)-5-diethylaminophenol. *Talanta*, Istanbul, 2004.

³ Instituto Nacional de Metrologia. Normatização e Qualidade Industrial (INMETRO); Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaios Químicos; DOQ-CGCRE-008, Revisão: 04 de julho de 2011.