

Desenvolvimento de sistemas de análises em fluxo para a determinação de íons metálicos após extração em ponto nuvem.

Sarah M. da Silva (IC)*, Diego P. Rocha (PG), Nívia M.M. Coelho (PQ), Sidnei G. da Silva (PQ)
*mendessa.qui@gmail.com

Instituto de Química – IQUFU, Av. João Naves de Ávila, 2121, Santa Mônica, Uberlândia - MG - CEP 38400-90

Palavras Chave: Análise em fluxo, multicomutação, FAAS, níquel, cobalto.

Abstract

A flow injection procedure for metal determination exploiting cloud point extraction.

A multicommutated flow system for cloud point extraction was developed for Ni and Co determination

Introdução

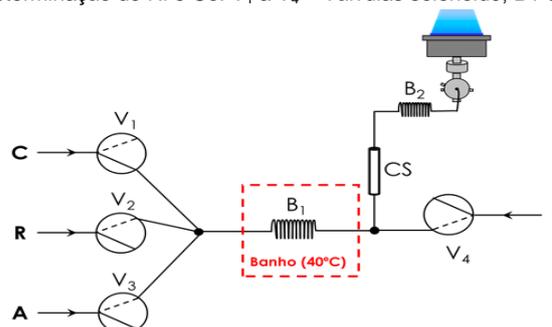
Técnicas espectroanalíticas são as mais empregadas para a determinação elementar em diferentes tipos de matrizes, incluindo amostras de interesse ambiental e industrial[1]. Essas técnicas apresentam como principais características robustez, limites de detecção adequados, disponibilidade comercial e tempo de medida relativamente curto. Entretanto, muitos métodos analíticos apresentam limitações decorrentes de insuficientes sensibilidade e seletividade para determinação de em baixas concentrações, sendo necessário recorrer às técnicas preliminares de separação e concentração dos analitos[2]. Entre essas técnicas, podemos destacar a extração em ponto nuvem, que pode ser acoplada em sistemas de análises em fluxo. No entanto, existem poucos trabalhos na literatura com este enfoque[3].

Resultados e Discussão

Neste trabalho foi desenvolvido um sistema de análises em fluxo para a determinação de níquel e cobalto após a extração em ponto nuvem. A formação de complexos hidrofóbicos entre os analitos e o complexante 1-(2-piridilazo)-2-naftol (PAN), foi explorada para a extração. Como surfactante, foi empregado o Triton X-114, por apresentar temperatura de separação de fases em torno de 25°C. A otimização das concentrações de reagentes e da acidez do meio foram otimizadas no modo *off line*. Para a implementação da extração em ponto nuvem empregando sistemas de análises em fluxo, um capilar de sílica de 3 mm de diâmetro interno e 10 cm de comprimento foi utilizado como uma coluna de separação por densidade. O sistema de análises em fluxo empregado esta apresentado na Figura 1. O reagentefoi preparadoem meio NH₄Ac 0,5 mol L⁻¹ (pH=5,0). Para a determinação de Ni e Co, nas condições otimizadas, foi utilizada amostragem binária com 10 ciclos de amostragem, acionando a válvula V₂ e em seguida a válvula V₃, ambos acionamentos com duração de 2s. A zona de amostra formada então foi transportada pela

solução carregadora até o reator B₁, pelo acionamento da válvula V₁, submetido ao banho termostático à 40°C. Devido à configuração da coluna de separação, posicionada em um ângulo de 90°, e à baixa vazão da solução transportadora (1mL/mim), durante esta etapa ocorreu a separação das fases, pela diferença de densidade entre a fase rica e a fase pobre em surfactante. Em seguida, a válvula V₄ foi acionada (etanol 50%, v/v), eluindo a fase rica em surfactante em direção ao F AAS. Nas condições otimizadas, o fator de pré-concentração foi igual a 7. O limite de detecção foi estimado em 20 e 25 µg L⁻¹ para Níquel e Cobalto, respectivamente.

Figura 1. Sistema de análises em fluxo com multicomutação com amostragem binária empregando válvulas solenoide para a determinação de Ni e Co. V₁ a V₄ – Válvulas solenoide; B₁ e B₂ –



Reatores de 150 e 100 cm, respectivamente; C – solução transportadora; R – Reagente (PAN 5 mmol L⁻¹ preparado em meio a 7% de Triton X-114 (tampão Acetato pH = 5,00).

Conclusões

A coluna de separação desenvolvida neste trabalho mostrou-se eficiente para implementação da extração em ponto nuvem empregando sistemas de análises em fluxo. Diversas vantagens podem ser atribuídas pela separação em linha das fases, entre elas, menor manipulação da amostra, evitando assim, contaminações, melhorando a precisão do procedimento.

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio do CNPq pela bolsa e auxílios.

[1]Butler, O.T., Cairns, W.R.L., Cook, J.M., Davidson, C.M., Journal of Analytical Atomic Spectrometry, 2012, 27: p. 187-221.

[2]Rocha, F.R.P. Teixeira, L.S.G., Química Nova, 2004, 27: p. 810-812.

[3]Ojeda, C.B., Rojas, F.S., Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2009, 394: p. 759-782