



APLICAÇÃO DA MATRIZ DE DOEHLERT NA OTIMIZAÇÃO DAS CONDIÇÕES DA GFAAS PARA DETERMINAÇÃO DE CRÔMIO APÓS EXTRAÇÃO EM PONTO NUVEM

Marcos de Almeida Bezerra^{1,2} (PG), Sherlan G. Lemos³ (PQ), Ana Rita de Araújo Nogueira³ (PQ) e Sérgio Luís Costa Ferreira¹ (PQ), slcf@ufba.br

1- Departamento de Química Analítica, Universidade Federal da Bahia, 2- Departamento de Química e Exatas, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, 3-Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Embrapa Pecuária Sudeste

Este trabalho propõe o uso da matriz de planejamento Doehlert [1] na otimização das condições operacionais da GFAAS para determinação de íons crômio totais após sua extração em ponto nuvem. Este procedimento baseia-se na extração dos íons metálicos em ambiente micelar do surfactante Triton X-114 após complexação destes íons com o reagente 2-(5-bromo-2-piridilazo)-5-(dietilaminofenol) (Br-PADAP) em pH 9. Para diminuir a viscosidade da fase micelar obtida após extração e permitir a queima eficiente da matriz orgânica deve-se usar uma solução de HNO₃ (1:1). Ácido ascórbico e nitrato de paládio devem ser usados como modificadores químicos para permitir uma temperatura de pirólise mais alta sem que ocorra a perda do analito por volatilização.

As particularidades da Espectrometria de Absorção Atômica em Forno de Grafite (GFAAS) tornam-na uma eficiente alternativa para a análise da fase micelar gerada pela Extração em ponto nuvem. Isto porque a matriz orgânica, a qual é constituída por surfactante e por reagentes como o complexante, podem ser eliminadas antes da etapa de atomização do analito. Usando uma temperatura de pirólise adequada, as absorções de background podem ser drasticamente reduzidas eliminando o risco de interferência espectral. A extração micelar, dessa forma, permite que se atinja limites de detecção da ordem de ng L⁻¹ [2] tornando-se uma alternativa adequada para análise de amostras ambientais.

Na aplicação da matriz de Doehlert, a temperatura de pirólise foi estudada no intervalo de 1000 a 1200°C, o tempo de pirólise de 8 a 16 s e a temperatura de atomização de 2400 a 2800°C. As análises dos resultados mostraram que, nos intervalos estudados, temperatura de pirólise não teve efeito significativo na magnitude do sinal de absorvância. Porém, o tempo de pirólise e a temperatura de atomização apresentaram efeito negativo e efeito positivo respectivamente no aumento do sinal.

A determinação deve ser realizada com as seguintes características operacionais do espectrômetro: comprimento de onda 357,9 nm, largura da fenda: 0,2 nm, corrente da lâmpada, 7mA, temperatura de pirólise de 1100°C, tempo de pirólise de 8 s e temperatura de atomização de 2700°C. O método desenvolvido apresentou as seguintes figuras de mérito: fator de enriquecimento como razão entre as curvas de calibração com e sem pré-concentração, 26,2; limite de detecção, 0,023 µg L⁻¹; limite de quantificação, 0,078 µg L⁻¹; precisão como repetibilidade (RSD), 5,4 % para a concentração de 0,5 µg L⁻¹ e n=8.

A exatidão do método foi verificada por meio da análise da amostra certificada NIST 1515 (Apples leaves). O método foi aplicado na determinação de crômio em amostras de folhas de laranjeira e alfafa encontrando-se os valores 0,20 ± 0,02 e 0,28 ± 0,07 µg g⁻¹ respectivamente e uma amostra de água de lagoa encontrando-se 0,16 ± 0,02 µg L⁻¹.

[1] S. L. C. Ferreira, H. C. Satos, M. S. Fernandez, M. S. Carvalho, J. Anal. At. Spectrom. (2002) 115-120

[2] C. D. Stalikas, Trends in Analytical Chemistry, 21 (2002) 343-354