

# Uma nova fase sólida baseada na funcionalização de XAD-2 com rodanine para pré-concentração e determinação de traços de cádmio e chumbo por FAAS

Ívero Pita de Sá<sup>1</sup>, Mayara Costa dos Santos<sup>1</sup>, Marina Santos de Jesus<sup>1</sup>, Vanessa Ferreira<sup>2</sup>, Vinícius Câmara Costa<sup>3</sup>, Fábio Alan Carqueija Amorim<sup>4\*</sup>. [facamorim@gmail.com](mailto:facamorim@gmail.com)

1. Estudante de Pós-graduação da Universidade Estadual de Santa Cruz - UESC;
2. Estudante de Pós-graduação da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia - UESB
3. Estudante de Doutorado da Universidade Federal de São Carlos - UFSCAR
4. Pesquisador do Depto.de Ciências exatas e tecnológicas, UESC, Ilhéus/BA

Palavras Chave: *índice de acidez, óleo de soja.*

## Introdução

A determinação analítica de metais traços exige sensibilidade, precisão e especificidade. Em muitos casos a determinação desses metais traços não é possível por algumas técnicas convencionais como a espectrometria de absorção atômica (FAAS), devido a interferência de matriz e baixas concentrações de analitos nas amostras. A utilização de técnicas de pré-concentração pode resolver essa dificuldade melhorando assim a sensibilidade e a seletividade da determinação.

A funcionalização de suportes poliméricos com agentes complexantes tem sido bastante empregada com esta finalidade.

E com este objetivo a resina amberlite XAD-4 foi funcionalizada com 5-(4 dimethylaminobenzylidene) rodanine-XAD-4 (RDN-XAD)<sup>3</sup>, para pré concentração de cádmio. A otimização do sistema de pré-concentração foi realizado aplicando análise multivariada.

## Resultados e Discussão

A caracterização do material foi feita por infravermelho onde observou-se pico adicional em  $1627\text{ cm}^{-1}$  característico de vibração de estiramento de azo compostos (-N=N-) ao espectro da resina RDN-XAD, o que comprova a inserção do ligante a esta resina.

A resina RDN-XAD sintetizada foi empacota em minicoluna e o sistema de pré-concentração foi realizado em fluxo. As soluções contendo metais foram preparadas com água deionizada em balão volumétrico de 50 mL e o pH da solução foi ajustado com as soluções tampões de acordo ao experimento. Então, com auxílio da bomba peristáltica a solução percorreu-se através da minicoluna, onde os íons metálicos foram retidos. Em seguida, os íons foram eluidos com 1 mL de HCl  $2,0\text{ mol L}^{-1}$  sendo armazenado em mini tubos e analisado no FAAS.

O sistema de pré-concentração foi otimizado através de análise das variáveis pH, concentração do tampão, vazão de amostragem e vazão de eluição. Para isso empregou-se matriz Doehlert.

Com os experimentos realizados, obteve-se o valor ótimo para todas as variáveis estudadas no sistema de pré concentração de Cd em resina RDN-XAD, sendo pH 5,75, concentração do tampão  $0,01\text{ mol L}^{-1}$ , vazão de amostragem e de eluição  $4,0\text{ mL min}^{-1}$ .

Table 1 - Superfícies de respostas geradas a partir da desejabilidade global para o planejamento Box-Behnken das variáveis pH x vazão de amostragem (VA) (a) e concentração do tampão (CT) x vazão de eluição (VE) (b).

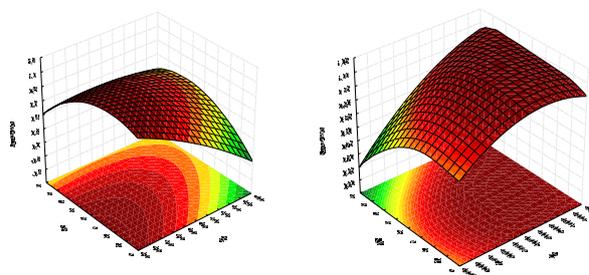


Table 2 - Parâmetros analíticos

Parâmetro	Analito	
	Cd	Pb
Fator de enriquecimento	26	43
Faixa de Trabalho	2,58 – 50,0	3,33 – 40,0
Precisão	$1\text{ }\mu\text{g L}^{-1}$ – 10%	$1\text{ }\mu\text{g L}^{-1}$ – 1,3%
	$10\text{ }\mu\text{g L}^{-1}$ – 6,6 %	$10\text{ }\mu\text{g L}^{-1}$ – 7,6 %
Limite de detecção	0,77	1,00
Limite de quantificação	2,58	3,33

## Conclusões

O sistema de pré-concentração proposto foi otimizado com sucesso, e a análise multivariada ajudou a avaliar a interação entre as variáveis estudadas bem como diminuir o número de experimentos. O procedimento mostrou-se simples, sensível e barato, apresentando bons parâmetros analíticos podendo assim ser aplicado na determinação de cádmio e chumbo em águas e moluscos bivalves.

## Agradecimentos

UESC, CNPq, FAPESB, CAPES.

<sup>1</sup> S.Q. Memon et al. / Talanta 72 (2007) 1738–1745.

<sup>2</sup> M. Ghaedi et al., Amberlite XAD-7 resin impregnated with 2-(1-(4-chlorophenyl)-4,5-diphenyl-1H-imidazol-2-yl)-4-nitrophenol for enrichment of metal ions, Journal of Saudi Chemical Society (2014).

<sup>3</sup> V.A. Lemos et al. / Talanta 66 (2005) 174–180