

**DETERMINAÇÃO DE FERRO EM NÍVEL TRAÇO EM ÁGUAS NATURAIS E OCEÂNICAS EMPREGANDO O MÉTODO DE DLLME PARA PRÉ-CONCENTRAÇÃO**

**HEINEMANN, Mônica Grazielle  
SILVA, Carlos Augusto Barbosa da  
ANDRADE, Carlos Francisco Ferreira de (Orientador)  
monika\_rgbs@hotmail.com**

**Evento: Congresso de Iniciação Científica  
Área do conhecimento: Oceanografia Química**

**Palavras-chave:** Ferro, microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME) e espectrometria de absorção atômica com forno de grafite (GFAAS).

### **1 INTRODUÇÃO**

A introdução de metais pesados nos sistemas aquáticos ocorre de maneira natural através de processos geoquímicos e intemperismo, e, também, através da atividade humana pela atividade industrial.<sup>1</sup> Dentre os metais, o ferro (Fe) se destaca por ser um elemento traço inequivocamente essencial e suas deficiências causarem enfermidades sob condições de vida normal.<sup>2</sup> Diversas técnicas analíticas para a determinação de metais em amostras de água têm sido reportadas na literatura, dentre elas a espectroscopia de absorção atômica com forno de grafite (GFAAS).<sup>3</sup> Entretanto, análises de metais traços em águas salinas são difíceis, uma vez que esses metais ocorrem em concentrações baixas e com alguns interferentes. Neste caso, é necessário um pré-tratamento da amostra para que as interferências sejam minimizadas. Assim, a microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME) tem sido um dos métodos mais utilizados para a extração e pré-concentração de analitos em amostras de água.<sup>4</sup> Dessa forma, o presente trabalho tem como objetivo validar uma metodologia analítica do Fe em amostras de água oceânica, baseada na pré-concentração e extração por DLLME e determinação por GFAAS.

### **2 REFERENCIAL TEÓRICO**

Para a extração e pré-concentração de Fe em água oceânica foi utilizada a DLLME, que caracteriza-se pela dispersão de um solvente extrator (imiscível em água) e um solvente dispersor (miscível em água e no solvente extrator) em uma solução aquosa o que proporciona uma grande área de contato entre a fase aquosa e o solvente extrator.<sup>5</sup> Posteriormente, para a determinação do Fe na amostra de água, várias técnicas analíticas estão disponíveis, como os métodos espectroscópicos atômicos. Esses métodos são rápidos, convenientes, possuem alta seletividade e sensibilidade. Dentre os métodos espectroscópicos, o GFAAS se destaca por ter sensibilidade suficiente para a maioria das aplicações.<sup>6</sup>

### **3 MATERIAIS E MÉTODOS (ou PROCEDIMENTO METODOLÓGICO)**

O procedimento descrito a seguir foi empregado para a extração de Fe em amostras de água em nível traço. Foram realizados testes com solução preparada com água ultrapura e água do mar.

Uma mistura apropriada do solvente dispersor e do solvente extrator foi injetada rapidamente, com o auxílio de um micropipetador, em 5 mL de amostra, contendo o analito e o complexante pirrolidinaditiocarbamato de amônio (APDC). Após leve agitação manual, uma solução turva com microgotas é formada. Em seguida, a solução turva é centrifugada durante 5 minutos e ocorre a sedimentação

# 13ª Mostra da Produção Universitária

Rio Grande/RS, Brasil, 14 a 17 de outubro de 2014.

das microgotas, a fase aquosa é retirada com o auxílio de uma seringa e a fase sedimentada diluída em 2 mL de etanol para posterior determinação dos analitos pelo GFAAS.

## 4 RESULTADOS e DISCUSSÃO

Cabe salientar que o trabalho está em andamento e mais análises serão feitas para a validação do método apresentado. Primeiramente, foi feita a DLLME em solução preparada com água Milli-Q contendo  $5 \mu\text{g L}^{-1}$  de Fe em triplicata para que fosse possível verificar a complexação do metal com o agente quelante APDC sem nenhum outro íon envolvido na reação. O mesmo teste foi realizado com água do mar com o intuito de verificar se a alta carga iônica da matriz da amostra interfere na complexação com o APDC. Além disso, um teste com um padrão de referência de água estuarina, SLEW 3, foi utilizado para verificar a recuperação do método em concentrações menores ( $0,568 \pm 0,059 \mu\text{g L}^{-1}$ ). Os resultados são mostrados na Tabela 1.

Tabela 1 – Resultados da análise de Fe em água Milli-Q e água do mar.

Recuperação Solução com H <sub>2</sub> O Milli-Q (%)	Recuperação H <sub>2</sub> O Mar (%)	Recuperação Padrão de H <sub>2</sub> O estuarina SLEW 3 (%)
101,00	125,18	19,6
106,92	108,06	85,2
131,64	96,70	68,8

Para as duas análises foram feitos os brancos para os descontos de interferências. Como pode ser visto na Tabela 1, os resultados foram satisfatórios, mostrando que houve a complexação do Fe com o APDC, devido ao fato do valor das recuperações encontradas estarem entre o intervalo de recuperação aceita entre 40 e 120 %.<sup>7</sup> A matriz salina do padrão com água do mar não alterou a boa recuperação do método. Apenas a baixa concentração do padrão certificado teve uma recuperação menor para uma das amostras, o que sugere que o método precisa ser aperfeiçoado na dosagem dos reativos e etapas de preparo da amostra para estes tipos de padrão.

## 5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados preliminares apresentaram boas respostas, mostrando que houve a complexação do metal com o agente quelante APDC para água do mar e água Milli-Q sem causar efeito matriz para a leitura por GFAAS. Novas análises serão feitas para a obtenção de melhores resultados e validação do método.

## REFERÊNCIA

- 1 - YALE, M.; OLIVEIRA, E. Metais pesados em águas superficiais como estratégia de caracterização de bacias hidrográficas. *Quim Nova*, v. 21. p. 551-556. 1998.
- 2 - OLIVEIRA, A. C.D.; Otimização de rotina analítica para elementos traços em sedimento de lagoa por ICP-OES. Lagoa Juara-Seraa/ES.2010. 110 f. Dissertação (Mestrado) – Centro de Ciências Exatas, Universidade Federal do Espírito Santo. Espírito Santo. 2010.
- 3 - CARLETTO, J. S.; Determinação de cádmio, chumbo e cobalto em matrizes aquosas usando microextração líquido-líquido-sólido com detecção por SS-GF AAS. 2013. 110 f. Tese (Doutorado), Universidade Federal de Santa Catarina. Santa Catarina. 2013.
- 4 - PEREIRA, E. R. Desenvolvimento de método empregando DLLME para extração e pré-concentração de ferro em amostras de água com diferentes salinidades. 2013. 55 f. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de Rio Grande, Rio Grande do Sul, 2013.
- 5 - REZAEI, M. et al. Determination of organic compounds in water using dispersive liquid-liquid microextraction. *Journal of Chromatography A*, v. 1116, p. 1-9, 2006
- 6 - LIANG, P.; SANG, H. Determination of trace lead in biological and water samples with dispersive liquid-liquid microextraction preconcentration. *Anal Biochem*. v, 380. p, 21-25, 2008.
- 7 - BRITO, N. M.; JUNIOR, O. P. D. A.; POLESE, L.; RIBEIRO, M. L. Validação dos métodos analíticos: estratégia e discussão. *Pesticidas: R.Ecotoxicol. e Meio Ambiente*. v, 13. p, 129-146, 2003.