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

**HEINEMANN, Mônika 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 indústrial.1 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.2 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).3 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.4 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.5 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 sensibilida. Dentre os métodos espectroscópicos, o GFAAS se destaca por ter sensibilidade suficiente para a maioria das aplicações.6

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 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 µg 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 ± 0,059 µg 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 H2O Milli-Q (%)*** | ***Recuperação***  ***H2O Mar (%)*** | ***Recuperação Padrão de H2O***  ***estuarina SLEW 3 (%)*** |
| 101,00 | 125,18 | 19,6 |
| 106,92  131,64 | 108,06  96,70 | 85,2  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 %.7. 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 - REZAEE, 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.