

# Imagens digitais e extração em fase sólida: Determinação de cobalto em amostras de águas <sup>1</sup>

Anderson da Silva Melo<sup>2</sup>, Rosivan dos Santos de Assis <sup>3</sup>, Luana Bastos Santos<sup>4</sup>, Jeferson Alves Barreto<sup>4</sup>, Valfredo Azevedo Lemos<sup>5</sup>,

**RESUMO:** Recentemente, procedimentos analíticos baseados em visão computacional relacionada à análise colorimétrica de imagens digitais têm sido descritos na literatura científica. Nesse sentido, uma nova abordagem analítica é apresentada com base na colorimetria de imagem digital para determinação de cobalto. O método é baseado no desenvolvimento de um sistema com extração de fase sólida, consistindo basicamente de uma câmara de extração preenchida com poliestireno divinilbenzeno impregnado com o reagente 1-(2-tiazolilazo)-p-cresol (TAC) e um microscópio portátil, usado na aquisição das imagens. A imagem do sorvente obtida após a extração de Co é relacionada com a concentração do elemento. As variáveis pH, fluxo e volume de amostra foram avaliadas utilizando-se um planejamento fatorial completo 2<sup>3</sup> para a triagem e uma matriz Doehlert para estabelecer os níveis ideais das variáveis significativas. O fator de enriquecimento e o limite de detecção foram de 148 e 0,8 µg L<sup>-1</sup>, respectivamente. O método foi aplicado à determinação de cobalto em amostras de águas naturais.

**PALAVRAS-CHAVE:** imagens digitais; extração em fase sólida; cobalto; água

**ABSTRACT:** Recently, analytical procedures based on computer vision related to the colorimetric analysis of digital images have been described in the scientific literature. In this sense, a novel analytical approach is presented based on digital image colorimetry for cobalt determination. The method consists in the development of a system with solid phase extraction, consisting basically of an extraction chamber filled with polystyrene divinylbenzene sorbent impregnated with the complexing reagent 1-(2-thiazolylazo)-p-cresol (TAC) and a portable microscope multifunction, used for image acquisition. The image of the sorbent after extraction of Co is obtained. This image is related to the

---

1- Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia (FAPESB)

2- Estudante de graduação em Licenciatura em Química, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, campus de Jequié, Jequié, Bahia

3- Estudante de Doutorado, Universidade Federal da Bahia, Instituto de Química, Campus de Ondina, Salvador, Bahia

4- Estudante de Mestrado, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Departamento de Ciências e Tecnologia

5- Professor, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia, Departamento de Ciências e Tecnologia

concentration of the elements. The variables pH, flow, and sample volume were evaluated using a complete factorial design  $2^3$  for the screening and a Doehlert matrix to establish the optimal levels of the significant variables. The enrichment factor and limit of detection were 148 and  $0.8 \mu\text{g L}^{-1}$ , respectively. The method was applied to the determination of nickel in natural water samples.

**KEYWORDS:** digital image; solid phase extraction; cobalt; water

**INTRODUÇÃO:** Métodos de pré-concentração são essenciais para a obtenção de baixos limites de detecção na determinação de muitas substâncias por diversas técnicas analíticas. Algumas técnicas têm sido amplamente utilizadas para este fim, como a extração em fase líquida, extração em fase sólida, extração no ponto nuvem (CPE) e coprecipitação, entre outras. A extração em fase sólida apresenta diversas vantagens, como rapidez, altos fatores de enriquecimento, baixo consumo de amostras, reagentes e solventes, e possibilidade de automação [1]. Esta técnica tem sido cada vez mais utilizada para a pré-concentração e separação de quantidades ultra-traços de espécies inorgânicas e orgânicas de matrizes complexas. A eficácia dos procedimentos depende diretamente do tamanho e da superfície do sorvente [2].

O espaço de cores mais comum em dispositivos de captura é RGB (vermelho, verde e azul), pois o sistema visual humano funciona de forma semelhante e, portanto, é usado como espaço de cores iniciais, onde as coordenadas de outras áreas são obtidas [3]. O RGB tem sido amplamente utilizado para quantificar substâncias em soluções e substâncias imobilizadas usando processamento de imagem digital e software específico. A estratégia possibilita a extração de informações colorimétricas selecionando as áreas de interesse em uma imagem. Normalmente, as imagens são processadas e analisadas com software de processamento de imagens.

Este trabalho apresenta uma metodologia analítica baseada em imagem digital e extração de fase sólida para a pré-concentração e determinação de cobalto em amostras de água, café e cigarro. Este é o primeiro trabalho em que as vantagens da extração em fase sólida são combinadas com o processamento computacional da análise de imagens.

## **MATERIAL E MÉTODOS:**

Uma caixa de madeira foi construída especificamente para este sistema. O interior da caixa contém uma lâmpada LED, a extremidade do microscópio e a câmara de extração. O suporte da câmara foi feito de acrílico, e incluiu dois orifícios de entrada e um orifício de saída, além de um orifício ( $0,4 \text{ cm}$  de diâmetro x  $0,3 \text{ cm}$  de

profundidade). A quantidade de sorvente utilizada foi de 10 mg. Um slide de microscópio foi usado para acomodar o sorvente e permitir a passagem de luz. O suporte foi carregado percolando uma solução TAC a  $0,10\% \text{ mv}^{-1}$  através do sistema durante dois minutos.

O sorvente impregnado foi usado por mais de 300 ciclos de pré-concentração. Cada ciclo de pré-concentração foi iniciado passando soluções contendo cobalto através do sorbent. Nesta etapa, o metal é absorvido pela fase sólida. A extração dos íons resulta em um sorvente ligeiramente esverdeado. O sistema foi construído com duas entradas para a solução de metais, para obter uma imagem homogênea. Após a etapa de pré-concentração, o microscópio captura uma imagem que é, então, armazenada e tratada em um microcomputador. O suporte foi lavado com solução de ácido clorídrico  $0,10 \text{ mol L}^{-1}$  e, então, água deionizada, para remover o excesso de acidez, antes do próximo ciclo de pré-concentração.

## **RESULTADOS E DISCUSSÃO:**

As soluções de cobalto ( $10 \mu\text{g L}^{-1}$ ) foram utilizadas em todos os experimentos de otimização. O planejamento experimental foi utilizado para otimizar algumas variáveis experimentais do método proposto. A avaliação preliminar das variáveis pH, fluxo e volume de amostra foi feita utilizando-se um planejamento fatorial completo de dois níveis. O software STATISTICA 7.0 foi utilizado para avaliar os resultados, com nível de confiança de 95%. As imagens obtidas foram processadas no programa Quimiostat, e a região de interesse foi convertida em um pixel e, em seguida, convertida em absorvência

Os dados da matriz Doehlert obtidos no processo de extração foram utilizados para avaliar a qualidade do modelo ajustado. Existe uma boa correspondência entre os valores previstos e os valores observados, indicando que o modelo quadrático está bem ajustado. A análise da variância (ANOVA) também foi utilizada para avaliar o modelo. Os modelos empregados provaram ser bem ajustados. Portanto, os valores críticos encontrados são confiáveis. Com base nos valores críticos obtidos da matriz Doehlert, foram escolhidos os valores de pH (8,0), fluxo amostral ( $2,3 \text{ mL min}^{-1}$ ) e volume amostral (60 mL). Esses valores foram utilizados em todos os experimentos subsequentes.

**CONCLUSÕES:** Este trabalho demonstrou a aplicabilidade de uma metodologia analítica otimizada para quantificação de cobalto em amostras ambientais. Essa metodologia foi utilizada para a análise digital pela primeira vez com a medida diretamente na fase sólida. A combinação resultou em um método que se apresenta como uma excelente alternativa para a determinação de elementos-traço. As vantagens

obtidas, como simplicidade, baixo custo e eficiência, se somam ao fato de que o método é ecologicamente correto, de acordo com os princípios da química verde. A abordagem deste trabalho pode ser explorada para outros tipos de sistemas e analitos, como outros metais, substâncias orgânicas e farmacêuticas.

**AGRADECIMENTOS:**



**REFERÊNCIAS:**

- [1] Camel V (2003) Solid phase extraction of trace elements. *Spectrochimica Acta Part B, Atomic Spectroscopy* 58:1177-1233
- [2] Karve M, Pandey K (2012) Sorption studies of U(VI) on Amberlite XAD-2 resin impregnated with Cyanex272. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 293:783-787
- [3] Pascale D (2003) A review of rgb color spaces from xyy to r'g'b'. *Babel Color* 18:136-152