

¹DESENVOLVIMENTO DE UMA METODOLOGIA PARA PRÉ-CONCENTRAÇÃO DE CROMO (VI) E DETERMINAÇÃO POR ESPECTROFOTOMETRIA UV-VIS

Nielma Lima de Souza², Danilo Junqueira Leão³

RESUMO

A pré-concentração é uma etapa crucial em análises químicas, pois aumenta a sensibilidade e a seletividade, especialmente na detecção de metais pesados em baixas concentrações. Este trabalho desenvolveu uma metodologia simples e de baixo custo para pré-concentração de Cr(VI), seguida de sua determinação por espectrofotometria UV-Vis. O procedimento consistiu em: acidificação da amostra até pH 1, formação do complexo Cr(VI)-difenilcarbazida (DFC), saturação com sulfato de amônio e extração com acetona. Após centrifugação, a fase rica foi analisada em 540 nm. O fator de enriquecimento (FE), obtido pela razão entre os coeficientes angulares das curvas de calibração com e sem pré-concentração, foi de aproximadamente 7,9, evidenciando aumento significativo da resposta analítica. Os resultados demonstram que a metodologia apresenta simplicidade operacional, baixo consumo de reagente e potencial aplicação em monitoramento ambiental. Entretanto, estudos complementares de otimização, determinação de limites de detecção e quantificação, além de validação em amostras reais, ainda são necessários.

PALAVRAS-CHAVE: Cromo (VI), Difenilcarbazida, Espectrofotometria UV-Vis, Monitoramento ambiental, Pré-concentração.

DEVELOPMENT OF A METHODOLOGY FOR PRECONCENTRATION OF CHROMIUM (VI) AND DETERMINATION BY UV-VIS SPECTROPHOTOMETRY

ABSTRACT

Preconcentration is a crucial step in chemical analysis, as it enhances sensitivity and selectivity, especially for detecting heavy metals at trace levels. This study developed a simple and low-cost methodology for preconcentration of Cr(VI), followed by its determination by UV-Vis spectrophotometry. The procedure consisted of sample acidification to pH 1, complex formation between Cr(VI) and diphenylcarbazide (DFC), saturation with ammonium sulfate, and extraction with acetone. After centrifugation, the enriched phase was analyzed at 540 nm. The enrichment factor (EF), obtained from the ratio between the calibration curve slopes with and without preconcentration, was approximately 7.9, showing a significant increase in analytical response. The results demonstrate that the methodology offers operational simplicity, low reagent consumption, and potential application in environmental monitoring. However, further optimization, determination of detection and quantification limits, and validation with real samples are still required.

¹ Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico-CNPq

² Discente do curso de Bacharelado em Química com Atribuições Tecnológicas, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Itapetinga-BA.

³ Professor Doutor, Departamento de Ciências Exatas e Naturais, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Itapetinga-BA.

KEYWORDS: Chromium (VI), Diphenylcarbazide, Environmental monitoring, Preconcentration, UV-Vis spectrophotometry.

INTRODUÇÃO

A poluição por metais pesados representa uma séria ameaça ao meio ambiente e à saúde pública, uma vez que esses elementos apresentam toxicidade elevada, persistência e capacidade de bioacumulação na cadeia alimentar. O cromo, especialmente em seu estado de oxidação hexavalente [Cr(VI)], é considerado um dos contaminantes mais preocupantes por ser altamente mutagênico e carcinogênico, além de apresentar toxicidade cerca de cem vezes maior que o Cr(III). Fontes antropogênicas, como curtumes, indústrias de pigmentos, galvanoplastia e processos metalúrgicos, contribuem significativamente para sua liberação no solo e em corpos hídricos, ampliando os riscos de exposição humana e animal [1,3].

Diante disso, a necessidade de metodologias analíticas sensíveis, rápidas e de baixo custo torna-se cada vez mais evidente. A espectrofotometria UV-Vis é uma técnica bastante empregada devido à sua simplicidade, precisão e aplicabilidade em diferentes matrizes, mas sofre limitações quando os analitos estão em concentrações muito baixas. Para superar esses desafios, etapas de preparo da amostra e, em especial, de pré-concentração são fundamentais, pois aumentam a seletividade e a sensibilidade do método [2,4].

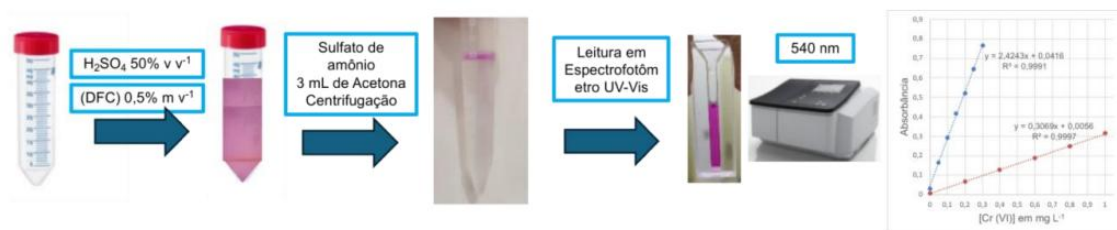
Diversas técnicas de pré-concentração vêm sendo estudadas, como extração líquido-líquido (LLE), extração em fase sólida (SPE) e microextração em gota única (SDME). Mais recentemente, a microextração líquido-líquido dispersiva (DLLME) tem se destacado por apresentar simplicidade, baixo custo e altos fatores de enriquecimento. Nesse contexto, o presente trabalho visa desenvolver uma metodologia inovadora de pré-concentração de Cr(VI), baseada em princípios simples e sustentáveis, acoplada à espectrofotometria UV-Vis, visando aplicação em monitoramento ambiental.

MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizados ácido sulfúrico (50% v/v), sulfato de amônio P.A., solução de dicromato de potássio (1000 mg L⁻¹ de Cr(VI)), acetona P.A. e difenilcarbazida (0,5%

m/v). O espectrofotômetro UV-Vis Shimadzu UV-1800 foi empregado em 540 nm, com cubeta de quartzo de 700 μL . O procedimento consistiu em acidificação da amostra até pH 1, formação do complexo Cr(VI)-DFC, saturação com sulfato de amônio, extração com acetona, agitação e centrifugação. A fase rica foi analisada no espectrofotômetro. O fator de enriquecimento (FE) foi obtido a partir da razão entre os coeficientes angulares das curvas de calibração com e sem pré-concentração.

FIGURA 1. Esquema do procedimento de pré-concentração e determinação de Cr(VI) por espectrofotometria UV-Vis.

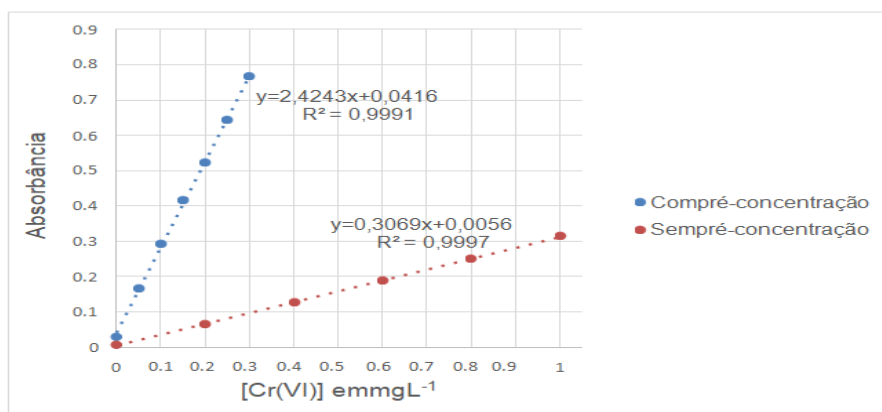


Fonte: Próprio autor.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A metodologia proposta mostrou clara separação de fases, com coloração magenta intensa na fase rica, característica do complexo Cr(VI)-DFC. O cálculo do FE resultou em valor de 7,9, confirmando aumento significativo da resposta espectrofotométrica e maior sensibilidade do método. Comparada a metodologias tradicionais, esta se destaca pela simplicidade operacional, baixo custo e menor consumo de solventes. Entretanto, o método ainda necessita de otimização estatística, determinação de limites de detecção e quantificação, bem como testes com possíveis interferentes e validação frente a materiais de referência.

Figura 2. Gráfico das curvas de calibração para FE



Fonte: Próprio autor

CONCLUSÕES

O sistema de pré-concentração desenvolvido apresenta grande potencial para aplicação em análises ambientais, pela eficiência na detecção de Cr(VI), simplicidade experimental e baixo custo. Apesar dos resultados promissores, etapas futuras de otimização e validação são essenciais para consolidar a aplicabilidade do método em amostras reais, reforçando sua relevância no monitoramento ambiental e na mitigação dos riscos associados ao Cr(VI).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ANDRUCH, V.; KOCÚROVÁ, L.; BALOGH, I. S.; ŠKRLÍKOVÁ, J. Recent advances in coupling single-drop and dispersive liquid–liquid microextraction with UV–Vis spectrophotometry and related detection techniques. *Microchemical Journal*, v. 102, p. 1-10, 2012.
- [2] DIAS, F. S. et al. Optimization of magnetic solid phase microextraction with CoFe₂O₄ nanoparticles unmodified for preconcentration of cadmium in environmental samples by flame atomic absorption spectrometry. *Microchemical Journal*, v. 146, p. 1095-1101, 2019.
- [3] RUTKOWSKA, M.; PŁOTKA-WASYLKA, J.; SAJID, M.; ANDRUCH, V. Liquid–phase microextraction: A review of reviews. *Microchemical Journal*, v. 149, 103989, 2019.
- [4] RYKOWSKA, I.; ZIEMBLIŃSKA, J.; NOWAK, I. Modern approaches in dispersive liquid–liquid microextraction (DLLME) based on ionic liquids: A review. *Journal of Molecular Liquids*, v. 259, p. 319-339, 2018.